

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2002-097478

(43)Date of publication of application : 02.04.2002

(51)Int.Cl.

C10G 73/06  
C08F 2/44  
C08F 20/18  
C08F291/00  
C10G 73/32

(21)Application number : 2000-326181

(71)Applicant : TOHO CHEM IND CO LTD

(22)Date of filing : 21.09.2000

(72)Inventor : MATSUI YUICHI  
HAGA NAOKI  
HIRAIDE AKIYUKI

## (54) NOVEL DEWAXING AUXILIARY

## (57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To develop a chlorine-free dewaxing auxiliary effective for all types (light type, heavy type, and bright stock) of wax-containing hydrocarbon oils in the solvent dewaxing method.

SOLUTION: This dewaxing auxiliary is obtained by polymerizing an alkyl (meth)acrylate whose alkyl group has 6-22 carbon atoms in the presence of a random or block copolymer of a 2-4C olefin and an alkyl (meth)acrylate whose alkyl group has 1-22 carbon atoms. The dewaxing auxiliary shows effects on all types of wax-containing hydrocarbon oils singly. Further, it is chlorine-free, and accordingly environmentally friendly, and has no fear of the corrosion of equipments even if it should be decomposed.

(19) 日本国特許庁 (J P)

(12) 公開特許公報 (A)

(11) 特許出願公開番号

特開2002-97478

(P2002-97478A)

(43) 公開日 平成14年4月2日 (2002.4.2)

(51) Int.Cl. <sup>7</sup>	識別記号	F I	テームコード* (参考)
C 1 0 G 73/06		C 1 0 G 73/06	4 J 0 1 1
C 0 8 F 2/44		C 0 8 F 2/44	C 4 J 0 2 6
20/18		20/18	
291/00		291/00	
C 1 0 G 73/32		C 1 0 G 73/32	

審査請求 未請求 請求項の数 6 書面 (全 12 頁)

(21) 出願番号 特願2000-326181 (P2000-326181)

(22) 出願日 平成12年9月21日 (2000.9.21)

(71) 出願人 000221797

東邦化学工業株式会社

東京都中央区明石町6番4号

(72) 発明者 松井 雄一

神奈川県横須賀市浦郷町5-2931 東邦化学工業内

(72) 発明者 羽賀 尚樹

神奈川県横須賀市浦郷町5-2931 東邦化学工業内

(72) 発明者 平出 明幸

神奈川県横須賀市浦郷町5-2931 東邦化学工業内

最終頁に続く

(54) 【発明の名称】 新規脱ロウ助剤

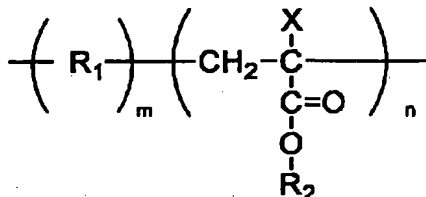
(57) 【要約】

【課題】 溶剤脱ロウ法において、全ての種類の（ライト系、ヘビー系、ブライストック）含ロウ炭化水素油に有効な塩素フリーの脱ロウ助剤を開発する。

【解決手段】 炭素数2乃至4のオレフィンとアルキル基の炭素数が1乃至22のアルキル（メタ）アクリレートとのランダムまたはブロック共重合物の存在下で、アルキル基の炭素数が6乃至22のアルキル（メタ）アクリレートを重合して得られた脱ロウ助剤。本発明方法の脱ロウ助剤は、単独で全ての種類の含ロウ炭化水素油に効果を示す。また、塩素フリーであるため環境にやさしく、万一分解した場合でも装置腐食の心配がない。

## 【特許請求の範囲】

【請求項1】 含ロウ炭化水素油及び脱ロウ助剤を脱ロウ溶剤に溶解し、冷却することによりワックスを析出させ、析出したワックスを液体／固体分離方法により除去し脱ロウ油を得るという脱ロウ方法に使用される脱ロウ助剤であって、下記化合物(1)の存在下で下記化合物\*



R<sub>1</sub>は炭素数2乃至4の炭化水素基

R<sub>2</sub>は炭素数1乃至22の炭化水素基

Xは水素又はメチル基

m及びnは1乃至60,000の整数

化合物(2)；アルキル基の炭素数が6乃至22のアルキル(メタ)アクリレート

【請求項2】 化1で示される化合物(1)と化合物(2)の質量比率が、化合物(1)：化合物(2)＝2：98乃至80：20である請求項1に記載の脱ロウ助剤。

【請求項3】 化1において、m：nが3：1乃至50：1の範囲である請求項1または請求項2のいずれか1項に記載の脱ロウ助剤。

【請求項4】 化1で示されるブロックまたはランダム共重合体の分子量が60,000乃至1,500,000である請求項1乃至請求項3のいずれか1項に記載の脱ロウ助剤。

【請求項5】 化1において、Xが水素原子であり、R<sub>1</sub>がエチレン基である請求項1乃至請求項4のいずれか1項に記載の脱ロウ助剤。

【請求項6】 化1において、Xが水素原子であり、R<sub>1</sub>がエチレン基であり、R<sub>2</sub>がエチル基である請求項1乃至請求項4のいずれか1項に記載の脱ロウ助剤。

## 【発明の詳細な説明】

## 【0001】

【発明の属する技術分野】本発明は、潤滑油製造工程において溶剤脱ロウ法で使用する脱ロウ助剤に関するものであり、特に脱ロウ工程において含ロウ炭化水素油と脱ロウ助剤を脱ロウ溶剤に溶解させて冷却し、含ロウ炭化水素油に存在するワックスを析出させ、析出したワックスを液体／固体分離方法により分離を行ない、脱ロウ油を生成させる溶剤脱ロウ法で使用する脱ロウ助剤に関するものである。

## 【0002】

【従来の技術】一般に原油から炭化水素油を製造するには、まず原油を常圧蒸留し、その残油を更に減圧蒸留することにより、低粘度から高粘度までの各種含ロウ炭化

\* (2)を重量平均分子量で60,000乃至1,500,000の範囲で重合して得られる生成物を少なくとも含むことを特徴とした脱ロウ助剤。

化合物(1)；化1で示されるブロックまたはランダム共重合体

化1

水素油及び減圧蒸留残油に分離する。また、減圧蒸留残油からこれらをさらに溶剤脱れき処理し、アスファルト分を除去することにより、最も粘度の高い含ロウ炭化水素油であるブライトストックを製造することが出来る。

【0003】こうして得られた各種粘度の含ロウ炭化水素油は、溶剤抽出、水素化精製及び脱ロウの組み合わせ、又は水素化分解、溶剤抽出、水素化精製及び脱ロウの組み合わせ等、一連の処理工程にかけられ、炭化水素油となる。

【0004】これら上記の製造工程のうち脱ロウ工程は、含ロウ炭化水素油中のロウ分を除去し、低流動点の炭化水素油を製造する工程を言う。

【0005】工業的に脱ロウ工程を行なう場合は途中プレスろ過を行なう時がある。この場合、含ロウ炭化水素油を溶剤不存在下で冷却しワックスを析出させて、これをプレスろ過する。一般的にプレスろ過工程を含む脱ロウ法では、粘度による制限のためライト系含ロウ炭化水素油しか処理できない。そのため、一般的には、ライト系、ヘビー系等の処理が可能な溶剤脱ロウ法が用いられる。溶剤脱ロウ法は、含ロウ炭化水素油、脱ロウ溶剤及び脱ロウ助剤を溶解し冷却を行ないながらワックスを析出させ、スラリーを形成させる。このスラリーを固体／液体分離機(ろ過、遠心分離等)に供給し、分離後脱ロウ溶剤を取り除き脱ロウ油を得る。

【0006】溶剤脱ロウ法に使用する脱ロウ溶剤は、炭化水素類(プロパン、プロピレン、ブタン、ペンタンなど)、ケトン類(アセトン、メチルエチルケトン(MEK)、メチルイソブチルケトン(MIBK)及びその混合物)、芳香族炭化水素類(ベンゼン、トルエン、キシレン)、ケトン類と芳香族炭化水素との混合物(MEK/トルエン及びアセトン/ベンゼン)がある。

【0007】溶剤脱ロウ工程で処理能力の制限する因子にスラリーからのワックスろ過速度がある、この速度は

析出したワックスの結晶構造により影響を受ける。析出したワックスの結晶構造は、脱ロウ工程における操作条件によって影響される。特に冷却速度、攪拌速度、冷却温度等条件の変化により同じ含ロウ炭化水素油でも析出したワックスの寸法、結晶構造、結晶中における油等の状態は著しく変化し、ろ過速度及び脱ロウ油の収率に影響を及ぼす。特に含ロウ炭化水素油がブライトストックの場合、ワックス結晶は微細であるためろ過による分離において、ろ過速度低下、脱ロウ油収率の減少、微細結晶の通過による脱ロウ油の流動点上昇、フィルター目詰まり等、度々トラブルを生じてきた。ろ過速度及び脱ロウ油収率向上には種々のプロセス上の改良が行なわれているが容易な操作でかつ効果の大きな方法に脱ロウ助剤を添加する方法が実施されている。特にプロパン脱ロウのような自己冷却式の脱ロウ法では脱ロウ助剤を添加することが必須とされてきた。

【0008】脱ロウ助剤には、これまで下記の技術が公知の技術となっている。特公昭45-15379、特公昭49-26922、特開昭54-11104には、エチレン酢酸ビニル共重合体とポリアルキルアクリレートもしくは、ポリアルキルメタアクリレートとの混合使用による効果が記載されている。特開昭45-15379、特公昭49-46361、特開昭53-129202には、アルキルナフタレン縮合物、もしくはポリアルキルメタアクリレートとの混合の使用による効果が記載されている。特開昭53-121804、特開昭53-121803には、 $\alpha$ -オレフィン重合体、または $\alpha$ -オレフィンと酢酸ビニルとの共重合体の使用による効果が記載されている。特開昭40-4210、特開昭54-123102、特開昭57-30792、特開平7-316567には、ポリアルキルアクリレートの使用による効果が記載されている。特開昭55-89392には、ポリビニルピロリドンの使用による効果が記載されている。特開昭60-217218、特開昭61-247793には、フマル酸ジアルキルと酢酸ビニルとの共重合体の使用による効果が記載されている。特公平7-116454には、炭素数10~26個のアルキル鎖長を有し数平均分子量3,000~500,000のポリアルキルアクリレートと炭素数10~20個のアルキル鎖長を有し数平均分子量5,000~200,000ポリアルキルメタアクリレートの混合による使用が記載されている。

【0009】これらの従来技術のうち、特公昭49-26922、特開昭54-11104、特開昭53-121804、特開昭53-121803、特開昭60-217218、特開昭61-247793では反応性の二重結合を持つ化合物（反応性モノマー）と酢酸ビニルとの共重合体の脱ロウ助剤としての使用が示されている。酢酸ビニル基をもつ化合物は、熱等により分解し、酢酸を生成することがある。酢酸は、鉄はもとよりSUS等の金属に対し腐食性もつため、装置に対する不安材料と

なる場合がある。

【0010】また、特開昭45-15379、特公昭49-46361ではアルキルナフタレン縮合物の脱ロウ助剤としての使用が示されている。アルキルナフタレン縮合物は、一般に塩素化パラフィン为原料にし、フリーデルクラフツ反応によって得られるため、これに含有される塩素分は皆無とはいえない。近年あらゆる分野で塩素フリーの製品が強く望まれるようになってきている。

【0011】さらに、特公平7-116454では、ポリアルキルアクリレートのアルキル基部分の炭素数16以上が50%以上であるが、このようにポリアルキルアクリレートの混合量が比較的多くなると助剤自身の流動点が高くなり取扱いが困難になる。またプロパン脱ロウでは、あまり十分な効果は得られなかった。

【0012】加えて、従来技術に記載のポリアルキル（メタ）アクリレートの脱ロウ助剤としての使用では、ライト系、ヘビー系、ブライトストック全ての含ロウ炭化水素油に対し十分な効果があるとは言えず、さらに有効な助剤が求められている。

【0013】

【発明が解決しようとする課題】本発明が解決しようとする問題は、従来技術で記載した脱ロウ助剤を用いた脱ロウ方法では含ロウ炭化水素油の種類により汎用性がなく、又はこれらの化合物が構造上・製造上回避することができない短所（塩素を含有していること、分解時の生成物が装置を腐食すること等）が存在することにある。つまり、従来技術の助剤を用いた脱ロウ方法、例えばポリアルキル（メタ）アクリレートまたはこれらの混合物の使用では、単独でライト系・ヘビー系・ブライトストック含ロウ炭化水素油のすべてに効果が認められるものではなく、このため製造上塩素化合物を含有することを回避できないアルキルナフタレン縮合物または構造上分解時に低分子酸を遊離する可能性のある反応性モノマー／酢酸ビニル共重合体の使用が必要になってしまう。

【0014】

【課題を解決するための手段】本発明者は、これら上記の問題を解決するため鋭意検討した結果、溶剤脱ロウ法において、ライト系はもとより、ヘビー系、ブライトストックなどすべての含ロウ炭化水素油に対しても効果を示し、つまりは、ろ過速度・脱ロウ油収率を向上させる事ができる、という発見に達した。

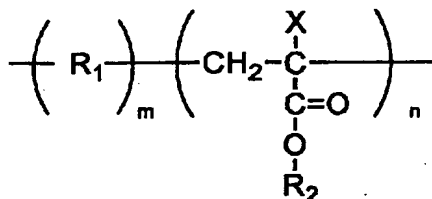
【0015】すなわち本発明は、含ロウ炭化水素油及び脱ロウ助剤を脱ロウ溶剤に溶解し、冷却することによりワックスを析出させ、析出したワックスを液体／固体分離方法により除去し脱ロウ油を得るという脱ロウ方法に使用される脱ロウ助剤であって、下記化合物（1）の存在下で下記化合物（2）を重量平均分子量で60,000乃至1,500,000の範囲で重合して得ることを特徴とした脱ロウ助剤に関する。

化合物（1）；化1で示されるブロックまたはランダム

## 共重合体

化合物(2) ; アルキル基の炭素数が6乃至22のアルキル(メタ)アクリレート

化1



式中、Xは水素原子またはメチル基、R<sub>1</sub>は炭素数2乃至4の炭化水素基、R<sub>2</sub>は炭素数1乃至22の炭化水素基、m及びnは1乃至60、000の整数を示す。

【0016】本発明の脱ロウ助剤が効果を示す脱ロウ方法は、溶剤脱ロウ法である。たとえば、常温で気体の炭化水素類(プロパン、プロピレン、ブタン、ブテンなど)を使用する脱ロウ方法、ケトン類(アセトン、メチルエチルケトン(MEK)、メチルイソブチルケトン(MIBK)等及びその混合物)を使用する脱ロウ方法、芳香族炭化水素類(ベンゼン、トルエン、キシレン等)を使用する脱ロウ方法、ケトン類と芳香族炭化水素との混合物(MEK/トルエン、アセトン/ベンゼン等)を使用する脱ロウ方法等である。

【0017】化合物(1)は、式1で示されるブロックまたはランダム共重合体であるが、さらに詳細に説明すると、化1に記載のR<sub>1</sub>の具体例としては、エチレン基、プロピレン基、ブチレン基が考えられる。化1に記載のR<sub>2</sub>の具体例としては、メチル基、エチル基、プロピル基、ブチル基、ペンチル基、ヘキシル基、ヘプチル基、オクチル基、ノニル基、デシル基、ウンデシル基、ドデシル基、トリデシル基、テトラデシル基、ペンタデシル基、ヘキサデシル基、ヘプタデシル基、オクタデシル基、ノナデシル基、エイコシル基、ドコシル基、エチレン基、プロピレン基、ブチレン基、ペンチレン基、ヘキシレン基、ヘプチレン基、オクチレン基、ノニレン基、デシレン基、ドデシレン基、トリデシレン基、テトラデシレン基、ペンタデシレン基、ヘキサデシレン基、ヘプタデシレン基、オクタデシレン基、ノナデシレン基、エイコシレン基、ドコシレン基等が考えられる。

【0018】化1に記載のR<sub>1</sub>は単一であっても良いが、複数の炭化水素基が混在していても良い。たとえば、エチレンとプロピレンの共重合構造、エチレンとブチレンの共重合構造、プロピレンとブチレンの共重合構造をもつことが可能であり、エチレンとプロピレンとブチレンの共重合構造をもつことも可能である。

【0019】同様に、化1に記載のXは水素原子またはメチル基の単一でも、水素原子とメチル基が混在していても良い。また、R<sub>2</sub>についても単一であっても、複数の炭化水素基が混在していても良い。つまり、アルキル炭素数の異なるアクリレートとメタクリレートの共重合

構造をもつことも可能である。

【0020】化合物(2)はアルキル基の炭素数が6乃至22のアルキル(メタ)アクリレートであるが、これは単一であっても混合物であっても良い。一般的な例としては、ヘキシル(メタ)アクリレート、ヘプチル(メタ)アクリレート、オクチル(メタ)アクリレート、ノニル(メタ)アクリレート、デシル(メタ)アクリレート、ウンデシル(メタ)アクリレート、ドデシル(メタ)アクリレート、トリデシル(メタ)アクリレート、テトラデシル(メタ)アクリレート、ペンタデシル(メタ)アクリレート、ヘキサデシル(メタ)アクリレート、ヘプタデシル(メタ)アクリレート、オクタデシル(メタ)アクリレート、ノナデシル(メタ)アクリレート、エイコシル(メタ)アクリレート、ドコシル(メタ)アクリレート等とこれらの混合物があげられる。

【0021】上記化合物(1)と化合物(2)の存在質量比率は、化合物(1) : 化合物(2)で示した時、2 : 98 ~ 80 : 20の範囲内であることが、性能上望ましい。さらに、化1においてm : nが3 : 1乃至50 : 1の範囲であることが望ましい。分子量が大きく、mの比率が非常に大きいと含脱ロウ炭化水素油または脱ロウ溶剤への溶解性が悪化することがある。

【0022】また、実使用上好ましくは、式1中の炭化水素基R<sub>1</sub>が水素原子であり、さらに好ましくは式1中の炭化水素基R<sub>1</sub>が水素原子でありR<sub>2</sub>がエチル基の化合物である。この化合物は、エチレンとエチルアクリレートとの共重合体であり、この化合物が実使用上有利である理由は、すでにコマーシャルベースで生産されているために、比較的安価で入手でき、製品の物性が安定しているという点にある。

【0023】さらに、化1で示されるブロックまたはランダム共重合体の重量平均分子量は60,000乃至1,500,000であることが好ましい。重量平均分子量が60,000より小さい時は、脱ロウ助剤としての性能が発揮できない場合があり、重量平均分子量が1,500,000より大きい時は、含脱ロウ炭化水素油または脱ロウ溶剤への溶解性が悪化する。

【0024】本発明の脱ロウ助剤は、本発明の化合物(1)の存在下にて化合物(2)を重合するというものであるが、この方法を経て得られた脱ロウ助剤の特徴は、単純に化合物(1)と化合物(2)の重合物を併用した場合と比較し、さらなる性能の向上(ろ過速度・脱ロウ油収率の向上)することにある。

【0025】化合物(1)と化合物(2)の反応機構は現在明らかでない。しかし単なる混合物と異なり、何等かの反応または相互作用を起こしていることが下記の事実から推測される。

【0026】例えば、本発明の化合物(1)は本発明の化合物(2)との溶解性が比較的悪いことが多い。具体的には本発明の化合物(1)と本発明の化合物(2)を

10

20

30

40

50

100℃まで加熱し、混合しても、その後70℃にて、長時間静置すると化合物(1)と化合物(2)が分離し沈降物が生じることがある。しかしながら、本発明の脱ロウ助剤は、70℃にて数ヶ月放置しても成分の分離や沈降は見られず、相溶性の改善も観測されている。

【0027】この現象により、化合物(1)と化合物(2)を単に併用するのに比べて、装置面でもメリットが現れる。つまり、化合物(1)と化合物(2)を単に併用するには、貯蔵設備が各1基(計2基)必要になってしまうが、相溶性が改善された本脱ロウ助剤の貯蔵設備は1基で充分である。

【0028】化合物(1)分子と化合物(2)分子との反応または相互作用の形態を推測すると、たとえば、化合物(1)の主鎖と化合物(2)の主鎖が部分的に互いに絡み合っていることが考えられ、また化合物(1)の3級炭素に結合した水素が引き抜かれ、そこに化合物(2)が部分的にグラフトされていることも推測できる。上記の反応または相互作用物が化合物(1)と化合物(2)の相溶化剤としての働きをして、互いの相溶性を高めているものと推測する。

【0029】本発明の脱ロウ助剤の特徴は、一般的にエチレンとアルキル(メタ)アクリレートとを原料として合成されるため、塩素分を含有せず、環境にやさしい。さらには、万一熱等により分解した場合でも、化合物(1)・(2)共に構造上遊離する低分子化合物はアルカノールであり、装置に対する腐食性はほとんど皆無と言える。

【0030】本発明品を得るためには様々な方法がある。たとえば、化合物(1)としては、アルキル(メタ)アクリレートとオレフィンを一般的な触媒で共重合して得る方法があるが、エチレン・エチルアクリレート共重合物(E EA)としては既製品に、三井デュボンポリケミカル製の「EVA FLEX E EA」・日本ユニカー製の「NUCコポリマーE EA」等がある。

【0031】式1中のR2(炭化水素基)の炭素数は、エチレン及び希望する炭素数の炭化水素基及び水酸基をもつ化合物と(メタ)アクリル酸とのエステルを共重合物することによって制御できるが、上記のE EAと希望する炭素数をもつアルコールとのエステル交換反応によって、変化させることも可能である。たとえば、炭化水素基R2の炭素数を18にする場合は、E EAとステア

リルアルコールを既存技術の方法でエステル交換して得ることもできる。

【0032】化合物(2)は、例えば炭素数6乃至22のアルコールと(メタ)アクリル酸をエステル化反応して容易に得られる。この時の反応条件等は既存技術の範疇であるが、一例をあげると、反応温度は概ね60~140℃程度であり、平衡反応をエステル化に向けるため、反応系内を減圧にすることが望ましい。また、エン

ルホン酸、メタンスルホン酸、硫酸等の酸性触媒を一般的に用いる事が多い。エステル化するアルコールは、天然産のアルコール、合成系のアルコールまたはこれらの混合物が考えられる。天然産アルコールのアルキル基の主成分炭素は偶数であり、合成系アルコールのアルキル基の主成分炭素は偶数と奇数の混合物である。

【0033】上記に例をあげた化合物(1)の存在下で、化合物(2)すなわち、アルキル基の炭素数が6乃至22のアルキル(メタ)アクリレートとを重合して得られる。この時、化合物(1)は均一の溶解状態になっていることが必要である。均一の溶解状態とは、例えば加熱によって化合物(1)が溶融している状態であり、また、反応性を持たない鉱油等に均一溶解している状態等である。

【0034】重合方法は従来技術による任意の方法である。たとえば、過酸化物またはアゾビス系の化合物を開始剤として用いるラジカル重合や、加熱による熱重合によることも可能である。但し、重量平均分子量を60,000乃至1,500,000の範囲にするために、温度等の反応条件、連鎖移動剤の使用を考慮しなければならない。一般に反応温度を高くすると重量平均分子量は下がり、反応温度を低くすると重量平均分子量は上がる。また、連鎖移動剤を添加すると重量平均分子量は下がる。以上の傾向を利用することにより、重量平均分子量を規定の範囲にすることは容易である。

【0035】上記によって得られた高分子は、取扱いが容易なようにするために、脱ロウ助剤との反応性を持たない鉱油等で10~80%の濃度に希釈を行なうことが好ましい。

【0036】本発明に関する脱ロウ助剤の添加方法は、冷却前に含ロウ炭化水素油中に均一に溶解されていれば特に限定はされず、脱ロウ溶剤中にあらかじめ溶解しておくことも作業効率の点で好ましい。

【0037】尚、本発明に関する脱ロウ助剤は、本発明の効果を損なわない範囲で他の成分を添加しても良い。脱ロウ性能上(ろ過速度、脱ロウ油収率向上の点で)併用可能と考えられるものとしては、ポリアルキルアクリレート、ポリアルキルメタクリレート、アルキルアクリレートとアルキルメタクリレートのコポリマー、アルキルナフタレン縮合物、エチレンと酢酸ビニルの共重合物等が考えられる。

【0038】特にポリアルキル(メタ)アクリレートは塩素分を含まず、かつ分解時に低分子酸を遊離しないという点で有用である。さらに、本発明品とポリアルキル(メタ)アクリレート併用することは、固液分離時のろ過性・脱ロウ油の収率を、本発明品単独で使った時と比較して向上させる場合があり、推奨できる

【0039】

【発明の実施の形態】含ロウ炭化水素油を脱ロウ溶剤に溶かし本発明の脱ロウ助剤を添加し均一にし加熱する。

次いで、混合物を所定の温度まで冷却する、この冷却において析出ワックス、脱ロウ油、脱ロウ溶剤、脱ロウ助剤から成るスラリーを生成させ、次いでスラリーをろ過によりワックス分離を行ない、脱ロウ溶剤を除去することにより脱ロウ油を得る。この時のろ過速度、脱ロウ油収率を測定し脱ロウ助剤の性能を評価した。

#### 【0040】

【実施例】以下に化合物(1)の例、化合物(2)の例、実施例、比較例、試験方法をあげて本発明を説明するが、本発明はこれらの化合物(1)の例、化合物(2)の例、実施例、比較例、試験方法に限定されるものではない。

#### 【0041】化合物(1)の例1

三井デュボンポリケミカル社製「EVA FLEX EEA」は本発明の化合物(1)の範疇である。「EVA FLEX EEA」を本発明の化合物(1)-1とした。

#### 【0042】化合物(1)の例2

日本ユニカー社製「NUCコポリマーEEA」は本発明の化合物(1)の範疇である。「NUC EEA」を本発明の化合物(1)-2とした。

#### 【0043】化合物(1)の例3

三井デュボン社ポリケミカル製「EVA FLEX EEA」に、ステアリルアルコールを添加し、圧力0.01 kPa、温度230℃でエタノールを除去しつつエステル交換反応を行なった。この操作によって得られた化合物を本発明の化合物(1)-3とした。

#### 【0044】化合物(2)の例1

アルキル基の炭素数12乃至18 (C12=24質量%、C14=23質量%、C16=27質量%、C18=25%) アルキルメタアクリレートは本発明の化合物(2)の範疇である。このアルキルメタアクリレートを本発明の化合物(2)-1とした。

#### 【0045】化合物(2)の例2

アルキル基の炭素数12乃至18 (C12=24質量%、C14=23質量%、C16=27質量%、C18=25%) アルキルアクリレートは本発明の化合物(2)の範疇である。このアルキルアクリレートを本発明の化合物(2)-2とした。

#### 【0046】化合物(2)の例3

アルキル基の炭素数6乃至22 (C6=5質量%、C8=5質量%、C10=10質量%、C12=15%、C13=10質量%、C14=15質量%、C15=15%、C16=10質量%、C18=13質量%、C20=1%、C22=1%) のアルキルメタアクリレートは本発明の化合物(2)の範疇である。このアルキルメタアクリレートを本発明の化合物(2)-3とした。

#### 【0047】化合物(2)の例4

アルキル基の炭素数6乃至22 (C6=5質量%、C8=5質量%、C10=10質量%、C12=15%、C13=10質量%、C14=15質量%、C15=15

%、C16=10質量%、C18=13質量%、C20=1%、C22=1%) のアルキルアクリレートは本発明の化合物(2)の範疇である。このアルキルアクリレートを本発明の化合物(2)-4とした

#### 【0048】実施例1

攪拌装置、温度計、窒素吹き込み管を備えた反応容器に、本発明の化合物(1)-1を10g及び鉱物油50gを仕込み、窒素を吹き込みながら、攪拌しつつ100℃に昇温し、同温度にて2時間攪拌を続け、本発明の化合物(1)-1完全に溶解した。加熱をやめ、窒素吹き込み・攪拌を継続し、本発明の化合物(2)-1を40g仕込み、さらに1時間窒素での脱気をおこなった。この時の温度は約70℃であった。これに、過酸化水素系の開始剤を0.1g投入し、120℃まで過熱し5時間この温度を保持した。この操作によって得られた化合物の重量平均分子量(ポリスチレンキャリブレーションによるGPC測定、以下にしめした重量平均分子量はすべて同じ方法にて測定)は21万であった。この化合物を本発明の脱ロウ助剤(A)とした。

#### 20 【0049】実施例2

実施例1に記載の本発明の化合物(1)-1を本発明の化合物(1)-2に変えた以外は実施例1と同じ条件で反応を行なった。この操作によって得られた化合物の重量平均分子量は20万であった。この化合物を本発明の脱ロウ助剤(B)とした。

#### 【0050】実施例3

実施例1に記載の本発明の化合物(1)-1を本発明の化合物(1)-3に変えた以外は実施例1と同じ条件で反応を行なった。この操作によって得られた化合物の重量平均分子量は19万であった。この化合物を本発明の脱ロウ助剤(C)とした。

#### 【0051】実施例4

実施例1に記載の本発明の化合物(2)-1を本発明の化合物(2)-2に変えた以外は実施例1と同じ条件で反応を行なった。この操作によって得られた化合物の重量平均分子量は20万であった。この化合物を本発明の脱ロウ助剤(D)とした。

#### 【0052】実施例5

実施例1に記載の本発明の化合物(2)-1を本発明の化合物(2)-3に変えた以外は実施例1と同じ条件で反応を行なった。この操作によって得られた化合物の重量平均分子量は20万であった。この化合物を本発明の脱ロウ助剤(E)とした。

#### 【0053】実施例6

実施例1に記載の本発明の化合物(2)-1を本発明の化合物(2)-4に変えた以外は実施例1と同じ条件で反応を行なった。この操作によって得られた化合物の重量平均分子量は21万であった。この化合物を本発明の脱ロウ助剤(F)とした。

#### 50 【0054】実施例7

実施例2に記載の本発明の化合物(2)-1を本発明の化合物(2)-2に変えた以外は実施例2と同じ条件で反応を行なった。この操作によって得られた化合物の重量平均分子量は22万であった。この化合物を本発明の脱ロウ助剤(G)とした。

#### 【0055】実施例8

実施例2に記載の本発明の化合物(2)-1を本発明の化合物(2)-3に変えた以外は実施例2と同じ条件で反応を行なった。この操作によって得られた化合物の重量平均分子量は21万であった。この化合物を本発明の脱ロウ助剤(H)とした。

#### 【0056】実施例9

実施例2に記載の本発明の化合物(2)-1を本発明の化合物(2)-4に変えた以外は実施例2と同じ条件で反応を行なった。この操作によって得られた化合物の重量平均分子量は20万であった。この化合物を本発明の脱ロウ助剤(I)とした。

#### 【0057】実施例10

実施例3に記載の本発明の化合物(2)-1を本発明の化合物(2)-2に変えた以外は実施例2と同じ条件で反応を行なった。この操作によって得られた化合物の重量平均分子量は21万であった。この化合物を本発明の脱ロウ助剤(J)とした。

#### 【0058】実施例11

実施例3に記載の本発明の化合物(2)-1を本発明の化合物(2)-3に変えた以外は実施例2と同じ条件で反応を行なった。この操作によって得られた化合物の重量平均分子量は20万であった。この化合物を本発明の脱ロウ助剤(K)とした。

#### 【0059】実施例12

実施例3に記載の本発明の化合物(2)-1を本発明の化合物(2)-4に変えた以外は実施例2と同じ条件で反応を行なった。この操作によって得られた化合物の重量平均分子量は19万であった。この化合物を本発明の脱ロウ助剤(L)とした。

#### 【0060】比較例1

アルキル基の炭素数12乃至18(C12=24質量%、C14=23質量%、C16=27質量%、C18=25%)アルキルメタクリレート50部と鉱油50部を攪拌装置、窒素吹き込み管、温度計、コンデンサーを備えたフラスコに入れ、3時間十分に窒素置換を行ない、開始剤を添加し、100℃に加熱し、同温度で8時間熟成することにより、重量平均分子量40万のポリアルキルメタクリレートを得た。この操作によって得られた化合物を比較の助剤(M)とした。

#### 【0061】比較例2

反応容器中へ、塩素化パラフィンとナフタレンを投入し60~65℃で加熱を行ない、そこへ触媒である無水塩素化アルミニウムを30分間で連続的に滴下した。添加

後数分すると、塩酸ガスを激しく発生して反応したが、触媒滴下後5時間でスチームを導入し触媒を分解させた。トルエンを加えてアルミニウムイオンが無くなるまで塩酸5%水溶液、温水、1%炭酸水素ナトリウム水溶液で良く洗った。残存する水は、トルエンと共沸脱水して除き無水の状態にした。このとき有機塩素を多少含有していたのでエチレンジアミンを0.5%加えてトルエンの沸点で還流させながら2時間反応させた。その後、冷却して中性となるまで水洗し、トルエンを溜去することにより平均分子量40,000のアルキルナフタレン縮合物を得た。この操作によって得られた化合物を比較の助剤(N)とした。

#### 【0062】比較例3

化合物(1)の例1に記載の化合物(1)-1を比較の助剤(O)とした。

#### 【0063】比較例4

化合物(1)の例2に記載の化合物(1)-2を比較の助剤(P)とした。

#### 【0064】比較例5

攪拌装置、温度計、窒素吹き込み管を備えた反応容器に、本発明の化合物(1)-1を10g及び鉱油50gを仕込み、窒素を吹き込みながら、攪拌しつつ100℃に昇温し、同温度にて2時間攪拌を続け、本発明の化合物(1)-1を完全に溶解した。加熱をやめ、窒素吹き込み・攪拌を継続し、本発明の化合物(2)-1を40g仕込み、さらに1時間窒素での脱気をおこなった。この時の温度は約70℃であった。これに、過酸化物質系の開始剤を0.7g投入し、140℃まで過熱し5時間この温度を保持した。この操作によって得られた化合物の重量平均分子量は5万8千であった。この化合物を比較の脱ロウ助剤(Q)とした。

#### 【0065】試験方法

含ロウ炭化水素油(ライト系、ヘビー系、ブライトストック)をノルマルヘキサン(含ロウ炭化水素油に対し3.5倍)に50℃で加熱し溶解させ、そこへ、上記で合成した脱ロウ助剤を加え攪拌しながら冷却速度2℃/分で-40℃まで冷却を行なった。その後ワックス、ノルマルヘキサン、脱ロウ油、脱ロウ助剤から成るスラリーを、ジャケット付ブフナーロートに-40℃の冷媒を循環させ、-40℃にて、600mmHgで減圧ろ過を行なった。この時ろ液量が50mlになった時の時間を測定し、下記の式からろ過速度を求めた。また得られたろ液と、ろ過後ワックスの各々含有するノルマルヘキサンをエバポレーターで減圧トッピングすることにより除去し、それぞれの重量を測定して、下記の式から脱ロウ油収率を求めた。

【0066】ろ過速度の計算式( $\text{ml/s} \cdot \text{cm}^2$ )

【数1】



$$\frac{50 \text{ (ml)}}{\text{ろ液が50ml溜まるまでの時間 (s)} \times \text{有効ろ過面積 (cm}^2\text{)}} = \text{ろ過速度}$$

脱ロウ油収率の計算式 (質量%)

＊ ＊ 【数2】

$$\frac{\text{ノルマルヘキサン除去後のろ液質量} \times 100}{\text{ノルマルヘキサン除去後のろ液質量} + \text{ノルマルヘキサン除去後のワックス質量}} = \text{脱ロウ油収率}$$

#### 【0067】使用例1

実施例1で得られた本発明の助剤(A)1gを、加温しながらライト系、ヘビー系、ブライトストック含ロウ炭化水素油200gにそれぞれ添加・溶解させ、さらにノルマルヘキサン700mlを加えて溶解させ、試験方法に  
10 従い試験を行なった。つまり、本発明の助剤(A)の添加量をライト系、ヘビー系、ブライトストック系含ロウ炭化水素油に対しそれぞれ0.5質量% (助剤の純分換算で0.25%)に設定し、試験を行なった。

#### 【0068】使用例2

実施例2で得られた本発明の助剤(B)1gを、加温しながらライト系、ヘビー系、ブライトストック含ロウ炭化水素油200gにそれぞれ添加・溶解させ、さらにノルマルヘキサン700mlを加えて溶解させ、試験方法  
20 に従い試験を行なった。つまり、本発明の助剤(B)の添加量をライト系、ヘビー系、ブライトストック含ロウ炭化水素油に対しそれぞれ0.5質量% (助剤の純分換算で0.25%)に設定し、試験を行なった。

#### 【0069】使用例3

実施例3で得られた本発明の助剤(C)1gを、加温しながらライト系、ヘビー系、ブライトストック含ロウ炭化水素油200gにそれぞれ添加・溶解させ、さらにノルマルヘキサン700mlを加えて溶解させ、試験方法  
30 に従い試験を行なった。つまり、本発明の助剤(C)の添加量をライト系、ヘビー系、ブライトストック含ロウ炭化水素油に対しそれぞれ0.5質量% (助剤の純分換算で0.25%)に設定し、試験を行なった。

#### 【0070】使用例4

実施例4で得られた本発明の助剤(D)1gを、加温しながらライト系、ヘビー系、ブライトストック含ロウ炭化水素油200gにそれぞれ添加・溶解させ、さらにノルマルヘキサン700mlを加えて溶解させ、試験方法  
40 に従い試験を行なった。つまり、本発明の助剤(D)の添加量をライト系、ヘビー系、ブライトストック含ロウ炭化水素油に対しそれぞれ0.5質量% (助剤の純分換算で0.25%)に設定し、試験を行なった。

#### 【0071】使用例5

実施例5で得られた本発明の助剤(E)1gを、加温しながらライト系、ヘビー系、ブライトストック含ロウ炭化水素油200gにそれぞれ添加・溶解させ、さらにノルマルヘキサン700mlを加えて溶解させ、試験方法  
50 に従い試験を行なった。つまり、本発明の助剤(E)の添加量をライト系、ヘビー系、ブライトストック含ロウ炭化水素油に対しそれぞれ0.5質量% (助剤の純分換算で0.25%)に設定し、試験を行なった。

#### 【0072】使用例6

実施例6で得られた本発明の助剤(F)1gを、加温しながらライト系、ヘビー系、ブライトストック含ロウ炭化水素油200gにそれぞれ添加・溶解させ、さらにノルマルヘキサン700mlを加えて溶解させ、試験方法  
10 に従い試験を行なった。つまり、本発明の助剤(F)の添加量をライト系、ヘビー系、ブライトストック含ロウ炭化水素油に対しそれぞれ0.5質量% (助剤の純分換算で0.25%)に設定し、試験を行なった。

#### 【0073】使用例7

実施例7で得られた本発明の助剤(G)1gを、加温しながらライト系、ヘビー系、ブライトストック含ロウ炭化水素油200gにそれぞれ添加・溶解させ、さらにノルマルヘキサン700mlを加えて溶解させ、試験方法  
20 に従い試験を行なった。つまり、本発明の助剤(G)の添加量をライト系、ヘビー系、ブライトストック含ロウ炭化水素油に対しそれぞれ0.5質量% (助剤の純分換算で0.25%)に設定し、試験を行なった。

#### 【0074】使用例8

実施例8で得られた本発明の助剤(H)1gを、加温しながらライト系、ヘビー系、ブライトストック含ロウ炭化水素油200gにそれぞれ添加・溶解させ、さらにノルマルヘキサン700mlを加えて溶解させ、試験方法  
30 に従い試験を行なった。つまり、本発明の助剤(H)の添加量をライト系、ヘビー系、ブライトストック含ロウ炭化水素油に対しそれぞれ0.5質量% (助剤の純分換算で0.25%)に設定し、試験を行なった。

#### 【0075】使用例9

実施例9で得られた本発明の助剤(I)1gを、加温しながらライト系、ヘビー系、ブライトストック含ロウ炭化水素油200gにそれぞれ添加・溶解させ、さらにノルマルヘキサン700mlを加えて溶解させ、試験方法  
40 に従い試験を行なった。つまり、本発明の助剤(I)の添加量をライト系、ヘビー系、ブライトストック含ロウ炭化水素油に対しそれぞれ0.5質量% (助剤の純分換算で0.25%)に設定し、試験を行なった。

#### 【0076】使用例10

実施例10で得られた本発明の助剤(J)1gを、加温しながらライト系、ヘビー系、ブライトストック含ロウ炭化水素油200gにそれぞれ添加・溶解させ、さらにノルマルヘキサン700mlを加えて溶解させ、試験方法  
50 に従い試験を行なった。つまり、本発明の助剤(J)の添加量をライト系、ヘビー系、ブライトストック含ロウ炭化水素油に対しそれぞれ0.5質量% (助剤の純分換算で0.25%)に設定し、試験を行なった。

## 10

20

## 30

40

## 50

## 40

50

50

比較例1で得られた比較の助剤(M) 1 gを、加温しながらライト系、ヘビー系、ブライストック含ロウ炭化水素油200 gにそれぞれ添加・溶解させ、さらにノル

マルヘキサン700mlを加えて溶解させ、試験方法に従い試験を行なった。つまり、比較の助剤(M)の添加量をライト系、ヘビー系、ブライトストック含ロウ炭化水素油に対しそれぞれ0.5質量%(助剤の純分換算で0.25%)に設定し、試験を行なった。

#### 【0086】比較使用例2

比較例2で得られた比較の助剤(N)0.5gを、加温しながらライト系、ヘビー系、ブライトストック含ロウ炭化水素油200gにそれぞれ添加・溶解させ、さらにノルマルヘキサン700mlを加えて溶解させ、試験方法に従い試験を行なった。つまり、比較の助剤(N)の添加量をライト系、ヘビー系、ブライトストック含ロウ炭化水素油に対しそれぞれ0.25質量%(助剤の純分換算で0.25%)に設定し、試験を行なった。

#### 【0087】比較使用例3

比較例1で得られた比較の助剤(M)を0.4g及び比較例2で得られた比較の助剤(N)を0.3g加温しながらライト系、ヘビー系、ブライトストック含ロウ炭化水素油200gにそれぞれ添加・溶解させ、さらにノルマルヘキサン700mlを加えて溶解させ、試験方法に従い試験を行なった。つまり、比較の助剤(M)の添加量をライト系、ヘビー系、ブライトストック含ロウ炭化水素油に対しそれぞれ0.2質量%(助剤の純分換算で0.1%)、比較の助剤(N)の添加量をライト系、ヘビー系、ブライトストック含ロウ炭化水素油に対しそれぞれ0.15質量%(助剤の純分換算で0.15%)に設定し、試験を行なった。

#### 【0088】比較使用例4

比較例3に記載の比較の助剤(O)0.1gと比較の助剤(M)0.8gを加温しながらライト系、ヘビー系、ブライトストック含ロウ炭化水素油200gにそれぞれ添加・溶解させ、さらにノルマルヘキサン700mlを加えて溶解させ、試験方法に従い試験を行なった。つまり、比較の助剤(O)の添加量をライト系、ヘビー系、ブライトストック含ロウ炭化水素油に対しそれぞれ0.05質量%(助剤の純分換算で0.05%)、比較の助

剤(N)の添加量をライト系、ヘビー系、ブライトストック含ロウ炭化水素油に対しそれぞれ0.4質量%(助剤の純分換算で0.2%)に設定し、試験を行なった。

#### 【0089】比較使用例5

比較例4に記載の比較の助剤(P)0.1gと比較の助剤(M)0.8gを加温しながらライト系、ヘビー系、ブライトストック含ロウ炭化水素油200gにそれぞれ添加・溶解させ、さらにノルマルヘキサン700mlを加えて溶解させ、試験方法に従い試験を行なった。つまり、比較の助剤(P)の添加量をライト系、ヘビー系、ブライトストック含ロウ炭化水素油に対しそれぞれ0.05質量%(助剤の純分換算で0.05%)、比較の助剤(N)の添加量をライト系、ヘビー系、ブライトストック含ロウ炭化水素油に対しそれぞれ0.4質量%(助剤の純分換算で0.2%)に設定し、試験を行なった。

#### 【0090】比較使用例6

比較例5で得られた比較の助剤(Q)1gを、加温しながらライト系、ヘビー系、ブライトストック含ロウ炭化水素油200gにそれぞれ添加・溶解させ、さらにノルマルヘキサン700mlを加えて溶解させ、試験方法に従い試験を行なった。つまり、本発明の助剤(A)の添加量をライト系、ヘビー系、ブライトストック系含ロウ炭化水素油に対しそれぞれ0.5質量%(助剤の純分換算で0.25%)に設定し、試験を行なった。

#### 【0091】比較使用例7

助剤を使用せずにライト系、ヘビー系、ブライトストック含ロウ炭化水素油について試験を行なった。

【0092】以上の使用例1~18、比較使用例1~4で得られたライト系含ロウ炭化水素油に対する脱ロウ性能を表1に、ヘビー系含ロウ炭化水素油に対する脱ロウ性能を表2に、ブライトストック含ロウ炭化水素油に対する脱ロウ性能を表3に示した。

#### 【0093】

【表1】

## ライト系含ロウ炭化水素油に対する脱ロウ性能

	脱ロウ 助剤	添加量(有効成分換算) (%)	ろ過速度 (ml/s·cm <sup>2</sup> )	脱ロウ油 収率 (%)
使用例 1	A	A = 0.25	1.9	58
使用例 2	B	B = 0.25	1.8	59
使用例 3	C	C = 0.25	2.0	59
使用例 4	D	D = 0.25	2.0	58
使用例 6	E	E = 0.25	1.9	59
使用例 8	F	F = 0.25	2.0	59
使用例 7	G	G = 0.25	1.9	58
使用例 8	H	H = 0.25	2.0	59
使用例 9	I	I = 0.25	1.8	58
使用例 10	J	J = 0.25	2.1	58
使用例 11	K	K = 0.25	1.9	59
使用例 12	L	L = 0.25	1.9	59
使用例 13	A/M	A : M = 0.2 : 0.05	2.0	60
使用例 14	C/M	C : M = 0.2 : 0.05	2.1	60
使用例 15	E/M	E : M = 0.2 : 0.05	2.1	61
使用例 16	G/M	G : M = 0.2 : 0.05	2.1	60
使用例 17	I/M	I : M = 0.2 : 0.05	2.0	61
使用例 18	K/M	K : M = 0.2 : 0.05	2.1	60
比較使用例 1	M	M = 0.25	1.0	49
比較使用例 2	N	N = 0.25	1.5	54
比較使用例 3	M/N	M : N = 0.1 : 0.15	1.9	52
比較使用例 4	M/O	M : O = 0.2 : 0.05	2.1	56
比較使用例 5	M/P	M : P = 0.2 : 0.05	2.0	55
比較使用例 6	Q	Q = 0.25	2.0	57
比較使用例 7	無添加	—	0.5	46

[0094]

\* \* [表2]

## ヘビー系含ロウ炭化水素油に対する脱ロウ性能

	脱ロウ 助剤	添加量(有効成分換算) (%)	ろ過速度 (ml/s·cm <sup>2</sup> )	脱ロウ油 収率 (%)
使用例 1	A	A = 0.25	2.8	61
使用例 2	B	B = 0.25	3.0	60
使用例 3	C	C = 0.25	2.7	61
使用例 4	D	D = 0.25	2.9	61
使用例 5	E	E = 0.25	2.9	60
使用例 6	F	F = 0.25	3.0	61
使用例 7	G	G = 0.25	3.0	60
使用例 8	H	H = 0.25	3.1	60
使用例 9	I	I = 0.25	3.2	61
使用例 10	J	J = 0.25	3.1	60
使用例 11	K	K = 0.25	3.3	61
使用例 12	L	L = 0.25	3.2	60
使用例 13	A/M	A = 0.2, M = 0.05	3.1	61
使用例 14	C/M	C = 0.2, M = 0.05	3.0	60
使用例 15	E/M	E = 0.2, M = 0.05	2.9	60
使用例 16	G/M	G = 0.2, M = 0.05	3.1	60
使用例 17	I/M	I = 0.2, M = 0.05	3.1	61
使用例 18	K/M	K = 0.2, M = 0.05	3.2	61
比較使用例 1	M	M = 0.25	0.6	52
比較使用例 2	N	N = 0.25	0.7	52
比較使用例 3	M/N	M = 0.1, N = 0.15	0.8	53
比較使用例 4	M/O	M = 0.2, O = 0.05	2.0	58
比較使用例 5	M/P	M = 0.2, P = 0.05	2.8	57
比較使用例 6	Q	Q = 0.25	2.6	55
比較使用例 7	無添加	—	0.1	45

[0095]

50 [表3]

## ブライトストック含ロウ炭化水素油に対する脱ロウ性能

	脱ロウ 助剤	添加量(有効成分換算) (%)	ろ過速度 (ml/s・cm <sup>2</sup> )	脱ロウ油 収率(%)
使用例 1	A	A=0.25	1.2	60
使用例 2	B	B=0.25	1.3	61
使用例 3	C	C=0.25	1.2	60
使用例 4	D	D=0.25	1.2	60
使用例 5	E	E=0.25	1.3	61
使用例 6	F	F=0.25	1.2	60
使用例 7	G	G=0.25	1.3	60
使用例 8	H	H=0.25	1.3	60
使用例 9	I	I=0.25	1.2	61
使用例 10	J	J=0.25	1.2	61
使用例 11	K	K=0.25	1.3	60
使用例 12	L	L=0.25	1.2	61
使用例 13	A/M	A=0.2, M=0.05	1.3	60
使用例 14	C/M	C=0.2, M=0.05	1.2	61
使用例 15	E/M	E=0.2, M=0.05	1.2	61
使用例 16	G/M	G=0.2, M=0.05	1.3	60
使用例 17	I/M	I=0.2, M=0.05	1.3	61
使用例 18	K/M	K=0.2, M=0.05	1.3	60
比較使用例 1	M	M=0.25	0.2	50
比較使用例 2	N	N=0.25	0.1	48
比較使用例 3	M/N	M=0.1, N=0.15	0.3	51
比較使用例 4	M/O	M=0.2, O=0.05	1.0	58
比較使用例 5	M/P	M=0.2, P=0.05	1.0	58
比較使用例 6	Q	Q=0.25	0.9	55
比較使用例 7	無添加	—	濾過不能	—

## 【0096】

【発明の効果】表1～3より明らかな様に、本発明品の脱ロウ助剤を脱ロウ工程において使用すると、脱ロウ助剤を添加しない時と比較して、ろ過速度を大幅に改良出来る。ライト系含ロウ炭化水素油に対しては、ろ過速度は従来技術の助剤と本発明の助剤はほぼ同等であるが、\*30

\* 脱ロウ油収率は大幅に改善される。また、ヘビー系含ロウ炭化水素油及びブライトストック含ロウ炭化水素油に対しては、ろ過速度・脱ロウ油収率共に従来技術の助剤と比較して、大幅に改善される。これは本発明品による格別の効果である。

フロントページの続き

Fターム(参考) 4J011 PA64 PA69 PA79  
4J026 AA12 AA45 AC07 AC16 BA27  
GA06

## PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

(11)Publication number : 2002-097478

(43)Date of publication of application : 02.04.2002

(51)Int.Cl.

C10G 73/06  
C08F 2/44  
C08F 20/18  
C08F291/00  
C10G 73/32

(21)Application number : 2000-326181

(71)Applicant : TOHO CHEM IND CO LTD

(22)Date of filing : 21.09.2000

(72)Inventor : MATSUI YUICHI  
HAGA NAOKI  
HIRAIDE AKIYUKI

(54) NOVEL DEWAXING AUXILIARY

(57)Abstract:

PROBLEM TO BE SOLVED: To develop a chlorine-free dewaxing auxiliary effective for all types (light type, heavy type, and bright stock) of wax-containing hydrocarbon oils in the solvent dewaxing method.

SOLUTION: This dewaxing auxiliary is obtained by polymerizing an alkyl (meth)acrylate whose alkyl group has 6-22 carbon atoms in the presence of a random or block copolymer of a 2-4C olefin and an alkyl (meth)acrylate whose alkyl group has 1-22 carbon atoms. The dewaxing auxiliary shows effects on all types of wax-containing hydrocarbon oils singly. Further, it is chlorine-free, and accordingly environmentally friendly, and has no fear of the corrosion of equipments even if it should be decomposed.

## LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the  
examiner's decision of rejection or application converted  
registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of  
rejection][Date of requesting appeal against examiner's decision of  
rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

## \* NOTICES \*

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

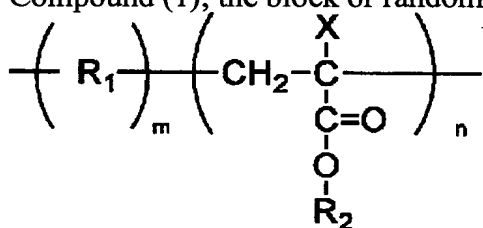
1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

## CLAIMS

## [Claim(s)]

[Claim 1] Dissolve a \*\* low hydrocarbon oil and a delow assistant in a delow solvent, and a wax is deposited by cooling. It is the delow assistant used for the delow approach of removing the depositing wax by the liquid / the solid-state separation approach, and obtaining dewaxing oil. The delow assistant characterized by including at least the product obtained under existence of the following compound (1) by carrying out the polymerization of the following compound (2) in 60,000 thru/or 1,500,000 with weight average molecular weight.

Compound (1); the block or random-copolymer-izing 1 shown by-izing 1



R<sub>1</sub> は炭素数 2 乃至 4 の炭化水素基

R<sub>2</sub> は炭素数 1 乃至 22 の炭化水素基

X は水素又はメチル基

m 及び n は 1 乃至 60,000 の整数

Compound (2); the carbon number of an alkyl group is alkyl (meta) acrylate [claim 2] of 6 thru/or 22. The delow assistant according to claim 1 whose rates of a mass ratio of a compound (1) and a compound (2) shown by \*\* 1 are compound (1):compound (2) =2:98 thru/or 80:20.

[Claim 3] A delow assistant given in any 1 term of claim 1 the range of whose m:n is 3:1 thru/or 50:1 in \*\* 1, or claim 2.

[Claim 4] A delow assistant given in any 1 term of claim 1 whose molecular weight of the block shown by \*\* 1 or a random copolymer is 60,000 thru/or 1,500,000 thru/or claim 3.

[Claim 5] A delow assistant given in any 1 term of claim 1 whose X is a hydrogen atom in \*\* 1 and whose R<sub>1</sub> is ethylene thru/or claim 4.

[Claim 6] A delow assistant given in any 1 term of claim 1 whose R<sub>1</sub> is ethylene and whose R<sub>2</sub> X is a hydrogen atom in \*\* 1, and is an ethyl group thru/or claim 4.

[Translation done.]

## \* NOTICES \*

JPO and NCIPi are not responsible for any damages caused by the use of this translation.

1. This document has been translated by computer. So the translation may not reflect the original precisely.
2. \*\*\*\* shows the word which can not be translated.
3. In the drawings, any words are not translated.

## DETAILED DESCRIPTION

## [Detailed Description of the Invention]

[0001]

[Field of the Invention] This invention dissociates the wax which the \*\* low hydrocarbon oil and the delow assistant were dissolved in the delow solvent especially in the delow process, it cooled about the delow assistant used by the solvent delow method in a lubricating oil production process, and the wax which exists in a \*\* low hydrocarbon oil was deposited, and deposited by the liquid / the solid-state separation approach, and relates to the delow assistant which uses by the solvent delow method make dewaxing oil generate.

[0002]

[Description of the Prior Art] In order to manufacture a hydrocarbon oil from a crude oil generally, it separates into the \*\*\*\*\* low hydrocarbon oil and vacuum distillation residual oil from hypoviscosity to hyperviscosity by carrying out atmospheric distillation of the crude oil first, and carrying out vacuum distillation of the residual oil further. Moreover, the bright stock which are \*\* low hydrocarbon oils with the highest viscosity can be manufactured by carrying out solvent deasphalting processing of these further from vacuum distillation residual oil, and removing a part for asphalt.

[0003] In this way, solvent extraction, hydrotreating and the combination of a delow or hydrocracking, solvent extraction, hydrotreating, the combination of a delow, etc. are applied to a series of down stream processing, and the \*\* low hydrocarbon oil of the obtained various viscosity turns into a hydrocarbon oil.

[0004] Among the production processes of these above, a delow process removes a part for the low in a \*\* low hydrocarbon oil, and says the process which manufactures the hydrocarbon oil of the low pour point.

[0005] When performing a delow process industrially, press filtration may be performed the middle. In this case, a \*\* low hydrocarbon oil is cooled under solvent un-existing, a wax is deposited, and press filtration of this is carried out. By the delow method which generally includes a press filtration process, only a light system \*\* low hydrocarbon oil can be processed for the limit by viscosity. Therefore, generally the solvent delow method which can process a light system, a heavy system, etc. is used. The solvent delow method deposits a wax, cooling by dissolving a \*\* low hydrocarbon oil, a delow solvent, and a delow assistant, and makes a slurry form. This slurry is supplied to a solid-state / liquid separators (filtration, centrifugal separation, etc.), the delow solvent after separation is removed, and dewaxing oil is obtained.

[0006] The delow solvent used for the solvent delow method has mixture (MEK / toluene, and an acetone/benzene) with hydrocarbons, ketones (a propane, a propylene, butane, pentane, etc.) (an acetone, a methyl ethyl ketone (MEK), methyl isobutyl ketone (MIBK), and its mixture), aromatic hydrocarbon (benzene, toluene, xylene), ketones, and aromatic hydrocarbon.

[0007] This rate that has the wax filtration velocity from a slurry in the factor which a throughput restricts at a solvent delow process is influenced according to the crystal structure of the depositing wax. The crystal structure of the depositing wax is influenced according to the operating condition in a delow process. Especially the condition of the oil under the dimension of the wax in which the same \*\* low hydrocarbon oil also deposited by change of conditions, such as a cooling rate, agitating speed, and cooling temperature, the crystal structure, and crystal etc. changes remarkably, and affects filtration velocity and the yield of dewaxing oil. Especially, when \*\* low hydrocarbon oils were bright stock, since the wax crystal was detailed, in separation by filtration, a filtration-velocity fall, reduction of dewaxing oil yield, a pour point rise of the dewaxing oil by passage of a fine crystal, the blinding of a filter, etc. produced the trouble frequently. Although amelioration on various processes is performed for filtration velocity and improvement in dewaxing oil yield, the approach of being easy actuation and adding a delow assistant to the big approach of effectiveness is enforced. By the delow method of a self-cooling type like especially a propane delow, it has been made indispensable to add a delow assistant.

[0008] The technique of the former following is a well-known technique at the delow assistant. The effectiveness by



mixed use with an ethylene vinyl acetate copolymerization object, poly alkyl acrylate, or poly alkylmetaacrylate is indicated by JP,45-15379,B, JP,49-26922,B, and JP,54-11104,A. The use \*\*\*\* effectiveness of mixing with an alkyl naphthalene condensate or poly alkylmetaacrylate is indicated by JP,45-15379,A, JP,49-46361,B, and JP,53-129202,A. The use \*\*\*\* effectiveness of an alpha olefin polymer or the copolymer of an alpha olefin and vinyl acetate is indicated by JP,53-121804,A and JP,53-121803,A. The use \*\*\*\* effectiveness of poly alkyl acrylate is indicated by JP,40-4210,A, JP,54-123102,A, JP,57-30792,A, and JP,7-316567,A. The use \*\*\*\* effectiveness of a polyvinyl pyrrolidone is indicated by JP,55-89392,A. The use \*\*\*\* effectiveness of the copolymer of fumaric-acid dialkyl and vinyl acetate is indicated by JP,60-217218,A and JP,61-247793,A. In JP,7-116454,B, it has the alkyl chain length of 10-26 carbon numbers, and has the alkyl chain length of the poly alkyl acrylate of number average molecular weight 3,000-500,000, and 10-20 carbon numbers in it, and use by mixing of number average molecular weight 5,000 - 200,000 poly alkylmetaacrylate is indicated.

[0009] The use as a delow assistant of the copolymerization object of a compound (reactant monomer) and vinyl acetate with a reactant double bond is shown by JP,49-26922,B, JP,54-11104,A, JP,53-121804,A, JP,53-121803,A, JP,60-217218,A, and JP,61-247793,A among these conventional techniques. Heat etc. may decompose and the compound with a vinyl acetate radical may generate an acetic acid. As for an acetic acid, iron may serve as a source [ as opposed to / a \*\* sake / equipment in corrosive ] of anxiety to metals, such as SUS, from the first.

[0010] Moreover, the use as a delow assistant of an alkyl naphthalene condensate is shown by JP,45-15379,A and JP,49-46361,B. Since an alkyl naphthalene condensate generally uses chlorinated paraffin as a raw material and it is obtained by the Friedel Crafts reaction, it cannot be said that there is [ the amount of / which is contained in this / chlorine ] nothing. A chlorine free-lancer's product is strongly desired increasingly in all fields in recent years.

[0011] Furthermore, in JP,7-116454,B, although 16 or more carbon numbers of the alkyl group part of poly alkyl acrylate are 50% or more, if the amount of mixing of poly alkyl acrylate increases comparatively in this way, the own pour point of an assistant will become high and handling will become difficult. Moreover, not much sufficient effectiveness was not acquired in a propane delow.

[0012] In addition, it cannot say that it is in the conventional technique about sufficient effectiveness to a light system, a heavy system, and the \*\* low hydrocarbon oils of all bright stock by the use as a delow assistant of the poly alkyl (meta) acrylate of a publication, but the still more effective assistant is called for.

[0013]

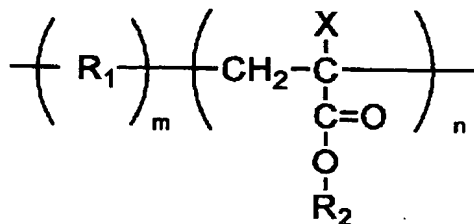
[Problem(s) to be Solved by the Invention] The problem which this invention tends to solve is by the delow approach of having used the delow assistant indicated with the conventional technique for the demerits (for the product at the time of decomposition to corrode [ containing chlorine, ] equipment) which there is no versatility by the class of \*\* low hydrocarbon oil, or these compounds cannot avoid on manufacture on structure to exist. that is, effectiveness be independently accept in all light systems , the heavy systems , and bright stock \*\* low hydrocarbon oils , and use of the reactant monomer / vinyl acetate copolymerization object which may separate a low-molecular acid will be needed at the time of the alkyl naphthalene condensate which cannot avoid contain a manufacture top chlorine compound for this reason , or decomposition on structure in use of the delow approach , for example , poly alkyl (meta ) acrylate , of having use the assistant of the conventional technique , or such mixture .

[0014]

[Means for Solving the Problem] the result wholeheartedly examined in order that this invention person might solve the problem of these above -- the solvent delow method -- setting -- a light system -- from the first -- all \*\* low hydrocarbon oils, such as a heavy system and bright stock, -- also receiving -- effectiveness -- being shown -- getting it blocked -- discovery that filtration velocity and dewaxing oil yield could be raised was reached.

[0015] Namely, this invention dissolves a \*\* low hydrocarbon oil and a delow assistant in a delow solvent. It is the delow assistant used for the delow approach of removing the wax which the wax was deposited and deposited by cooling by the liquid / the solid-state separation approach, and obtaining dewaxing oil. It is related with the delow assistant characterized by carrying out the polymerization of the following compound (2) in 60,000 thru/or 1,500,000, and obtaining it with weight average molecular weight under existence of the following compound (1).

Compound (1); the carbon number of the block shown by-izing 1 or a random-copolymer compound (2); alkyl group is



the alkyl (meta) acrylate-ization 1 of 6 thru/or 22.

Among a formula, in X, a hydrogen atom or a methyl group, and R1 show a carbon number 2 thru/or the hydrocarbon group of 4, and R2 shows the integer of a carbon number 1 thru/or the hydrocarbon group of 22, m and n1, or 60,000.

[0016] The delow approach that the delow assistant of this invention takes effect is the solvent delow method. For example, they are the delow approach which uses gaseous hydrocarbons (a propane, a propylene, butane, butene, etc.) in ordinary temperature, the delow approach which uses ketones (the mixture, such as an acetone, a methyl ethyl ketone (MEK), and methyl isobutyl ketone (MIBK)), the delow approach which uses aromatic hydrocarbon (benzene, toluene, xylene, etc.), the delow approach which uses mixture (MEK/toluene, an acetone/benzene, etc.) with ketones and aromatic hydrocarbon.

[0017] Although a compound (1) is the block or random copolymer shown by the formula 1, if it explains to a detail further, it can consider ethylene, a propylene radical, and a butylene radical as an example of R1 of a publication to \*\* 1. As an example of R2 of a publication, to \*\* 1, a methyl group, an ethyl group, a propyl group, Butyl, a pentyl radical, a hexyl group, a heptyl radical, an octyl radical, a nonyl radical, A decyl group, an undecyl radical, the dodecyl, a tridecyl radical, a tetradecyl radical, A pentadecyl group, a hexadecyl radical, a heptadecyl radical, an octadecyl radical, A nona decyl group, a ray KOSHIRU radical, a DOKOSHIRU radical, ethylene, a pro PIRENN radical, A butylene radical, a pentene radical, a hexylene radical, a heptylene radical, an octylene radical, A nonylene group, a decylene radical, a dodecylene radical, a TORIDESHIREN radical, a tetra-decylene radical, a PENTA decylene radical, a hexa decylene radical, a hepta-decylene radical, an OKUTA decylene radical, a nona decylene radical, a ray KOSHIREN radical, a DOKOSHIREN radical, etc. can be considered.

[0018] Although R1 [ given in \*\* 1 ] may be single, two or more hydrocarbon groups may be intermingled. For example, it is possible to have the copolymerization structure of ethylene and a propylene, the copolymerization structure of ethylene and a butylene, and the copolymerization structure of a propylene and a butylene, and it is also possible to have the copolymerization structure of ethylene, a propylene, and a butylene.

[0019] Similarly, as for X of a publication, the hydrogen atom and the methyl group may be intermingled by the single of a hydrogen atom or a methyl group in \*\* 1. Moreover, even if single also about R2, two or more hydrocarbon groups may be intermingled. That is, it is also possible to have the copolymerization structure of acrylate and methacrylate where alkyl carbon numbers differ.

[0020] Although the carbon number of an alkyl group is alkyl (meta) acrylate of 6 thru/or 22, this [ a compound's (2)'s ] may be single, or you may be mixture. As a general example, hexyl (meta) acrylate, heptyl (meta) acrylate, Octyl (meta) acrylate, nonyl (meta) acrylate, DESHIRU (meta) acrylate, Undecyl (meta) acrylate, dodecyl (meta) acrylate, Tridecyl (meta) acrylate, a tetradecyl (meta) bitter taste rate, Pentadecyl (meta) acrylate, hexadecyl (meta) acrylate, Heptadecyl (meta) acrylate, octadecyl (meta) acrylate, a nona DESHIRU (meta) bitter taste rate, a ray KOSHIRU (meta) bitter taste rate, DOKOSHIRU (meta) acrylate, etc. and such mixture are raised.

[0021] When compound (1):compound (2) shows, as for the rate of an above-mentioned compound (1) and compound's (2)'s existence mass ratio, it is desirable on the engine performance that it is within the limits of 2:98-80:20.

Furthermore, in \*\* 1, it is desirable for the range of m:n to be 3:1 thru/or 50:1. When molecular weight is large and the ratio of m is very large, the solubility to a \*\*\*\* low hydrocarbon oil or a delow solvent may get worse.

[0022] Moreover, the hydrocarbon group R1 in a formula 1 is a hydrogen atom preferably on real use, the hydrocarbon group R1 in a formula 1 is a hydrogen atom still more preferably, and R2 is the compound of an ethyl group. This compound is a copolymerization object of ethylene and ethyl acrylate, and on real use, since this compound is already produced on the commercial basis, the reason for being advantageous has it, it can obtain it, and is in the point that the physical properties of a product are stable. [ comparatively cheap ]

[0023] Furthermore, as for the weight average molecular weight of the block shown by \*\* 1, or a random copolymer, it is desirable that it is 60,000 thru/or 1,500,000. When weight average molecular weight is smaller than 60,000, the engine performance as a delow assistant may be unable to be demonstrated, and when weight average molecular weight is larger than 1,500,000, the solubility to a \*\*\*\* low hydrocarbon oil or a delow solvent gets worse.

[0024] Although it is said for the polymerization of the compound (2) under existence of the compound (1) of this

invention that the delow assistant of this invention carries out, the description of a delow assistant "pass this approach" is as compared with the case where the polymerization object of a compound (1) and a compound (2) is simply used together for the further engine performance to improve (improvement in filtration velocity and dewaxing oil yield).

[0025] The reaction mechanism of a compound (1) and a compound (2) is not clear now. However, unlike mere mixture, having caused a certain reaction or interaction is guessed from the following fact.

[0026] For example, the compound (1) of this invention has that solubility with the compound (2) of this invention is [ much ] comparatively bad. After that, even if it specifically heats the compound (1) of this invention, and the compound (2) of this invention to 100 degrees C and mixes, when long duration gentle placement is carried out, a compound (1) and a compound (2) may dissociate and sediment may arise at 70 degrees C. However, even if it leaves the delow assistant of this invention several months at 70 degrees C, separation or sedimentation of a component are not seen but the improvement of compatibility is also observed.

[0027] According to this phenomenon, a merit appears also in respect of equipment compared with only using a compound (1) and a compound (2) together. That is, although one storage facility (a total of two sets) will be needed each in order to only use a compound (1) and a compound (2) together, one set is enough as the storage facility of a \*\*\*\* low assistant by which compatibility has been improved.

[0028] If the reaction of a compound (1) molecule and a compound (2) molecule or the gestalt of an interaction is guessed, the hydrogen which could consider that the principal chain of a compound (1) and the principal chain of a compound (2) were entangled mutually partially, for example, and was combined with the 3rd class carbon of a compound (1) is drawn out, and it can also guess that the graft of the compound (2) is carried out there partially. An above-mentioned reaction or an above-mentioned interaction object carries out the work as a compatibilizer of a compound (1) and a compound (2), and what is raising mutual compatibility is conjectured.

[0029] Since the description of the delow assistant of this invention is generally compounded considering ethylene and an alkyl (meta) acrylic rate as a raw material, it does not contain a part for chlorine but is environment-friendly. furthermore -- the case where heat etc. should decompose -- compound (1) - (2) -- the low molecular weight compound which separates on [ both ] structure is alkanol, and it can be said that there is almost corrosive [ no / over equipment ].

[0030] In order to obtain this invention article, there are various approaches. For example, although there is a method of copolymerizing and obtaining alkyl (meta) acrylate and an olefin with a general catalyst as a compound (1), as an ethylene ethyl acrylate copolymerization object (EEA), "EVAFLEX EEA", the "NUC copolymer EEA" by Nippon Unicar made from Mitsui DEYUPOMPORIKEMIKARU, etc. are in a ready-made article.

[0031] Although the carbon number of R2 (hydrocarbon group) in a formula 1 is controllable by carrying out the copolymerization object of the ester of a compound and an acrylic acid (meta) with ethylene, the hydrocarbon group of the carbon number to wish, and a hydroxyl group, it is possible to also make it change with ester exchange reactions with alcohol with the carbon number expected above EEA. For example, when setting the carbon number of a hydrocarbon group R2 to 18, by the approach of the existing technique, the ester interchange of EEA and the stearyl alcohol can be carried out, and they can also be obtained.

[0032] A compound (2) carries out the esterification reaction of a carbon number 6 thru/or the alcohol and the acrylic acid (meta) of 22, and is obtained easily. When an example is given, although the reaction condition at this time etc. is the criteria of the existing technique, in order to turn static reaction to esterification, it is desirable [ reaction temperature is about 60-140 degrees C in general, and ] to make the inside of the system of reaction reduced pressure. Moreover, use of an entrainer is arbitrary and, generally a catalyst uses the acid catalyst of Para toluenesulfonic acid, methansulfonic acid, a sulfuric acid, etc. in many cases. The alcohol to esterify can consider natural alcohol, the alcohol of a synthetic system, or such mixture. The number of the principal component carbon of the alkyl group of natural alcohol is even, and the principal component carbon of the alkyl group of synthetic system alcohol is the mixture of even number and odd number.

[0033] Under existence of the compound (1) which gave the example above, a compound (2), i.e., the carbon number of an alkyl group, carries out the polymerization of the alkyl (meta) acrylate of 6 thru/or 22, and it is obtained. At this time, a compound (1) needs to be in the dissolution condition of homogeneity. The dissolution condition of homogeneity is in the condition which the compound (1) is fusing with heating, and is in the condition of carrying out the homogeneity dissolution at mineral oil without reactivity etc.

[0034] A polymerization method is the approach of the arbitration by the conventional technique. For example, it is also possible to be based on the radical polymerization using a peroxide or the compound of an azobis system as an initiator and the thermal polymerization by heating. However, in order to make weight average molecular weight into the range of 60,000 thru/or 1,500,000, use of reaction conditions, such as temperature, and a chain transfer agent must be taken into consideration. If reaction temperature is generally made high, weight average molecular weight will fall, and if

reaction temperature is made low, weight average molecular weight will go up. Moreover, if a chain transfer agent is added, weight average molecular weight will fall. By using the above inclination, it is easy to make weight average molecular weight into the range of regular.

[0035] In order that handling may carry out as [ easily ], as for the macromolecule obtained by the above, it is desirable to dilute with mineral oil without reactivity with a delow assistant etc. to 10 - 80% of concentration.

[0036] It is also desirable for especially limitation not to be carried out if the addition approach of the delow assistant about this invention is dissolved in homogeneity into the \*\* low hydrocarbon oil before cooling, but to dissolve beforehand into a delow solvent in respect of working efficiency.

[0037] In addition, the delow assistant about this invention may add other components in the range which does not spoil the effectiveness of this invention. As what is considered that concomitant use is possible on the delow engine performance (at filtration velocity and point of the improvement in dewaxing oil yield), the copolymer of poly alkyl acrylate, poly alkyl methacrylate, alkyl acrylate, and alkyl methacrylate, an alkyl naphthalene condensate, ethylene, the copolymerization object of vinyl acetate, etc. can be considered.

[0038] Poly alkyl (meta) acrylate is especially useful at the point of not separating a low-molecular acid at the time of decomposition, excluding a part for chlorine. Furthermore, carrying out the poly alkyl (meta) acrylate concomitant use with this invention article can improve for it and recommend the yield of the filterability and dewaxing oil at the time of solid liquid separation as compared with the time of using it by this invention article independent. [0039]

[Embodiment of the Invention] A \*\* low hydrocarbon oil is melted to a delow solvent, and the delow assistant of this invention is added, and it is made homogeneity and heats. Subsequently, the slurry which cools mixture to predetermined temperature and which consists of a deposit wax, dewaxing oil, a delow solvent, and a delow assistant in this cooling is made to generate, subsequently filtration performs wax separation for a slurry, and dewaxing oil is obtained by removing a delow solvent. The filtration velocity at this time and dewaxing oil yield were measured, and the engine performance of a delow assistant was evaluated.

[0040]

[Example] Although the example of a compound (1), the example of a compound (2), an example, the example of a comparison, and a test method are raised to below and this invention is explained to it, this invention is not limited to the example of these compounds (1), the example of a compound (2), an example, the example of a comparison, and a test method.

[0041] "EVAFLEX EEA" by the example 1 Mitsui DEYUPON poly chemical company of a compound (1) is the criteria of the compound (1) of this invention. "EVAFLEX EEA" was set to compound (1)-1 of this invention.

[0042] The "NUC copolymers EEA" by example 2 Nippon Unicar of a compound (1) is the criteria of the compound (1) of this invention. "NUC EEA" was set to compound (1)-2 of this invention.

[0043] Stearyl alcohol was added, and the ester exchange reaction was performed to it, removing ethanol to example 3 Mitsui Du Pont poly chemical \*\* "EVAFLEX EEA" of a compound (1) at pressure 0.01kPa and the temperature of 230 degrees C. The compound obtained by this actuation was set to compound (1)-3 of this invention.

[0044] The carbon number 12 of the example 1 alkyl group of a compound (2) thru/or 18 (12= C24 mass %, 14= C23 mass %, 16= C27 mass %, 18= 25% of C) alkylmetaacrylate are the criteria of the compound (2) of this invention. This alkylmetaacrylate was set to compound (2)-1 of this invention.

[0045] The carbon number 12 thru/or 18 (12= C24 mass %, 14= C23 mass %, 16= C27 mass %, 18= 25% of C) alkyl acrylate of example 2 alkyl group of a compound (2) is the criteria of the compound (2) of this invention. This alkyl acrylate was set to compound (2)-2 of this invention.

[0046] The carbon number 6 of the example 3 alkyl group of a compound (2) thru/or 22 (6= C5 mass %) Alkylmetaacrylate of 16= 13= 8= C5 mass %, 10= C10 mass %, 12= 15% [ of C ], and C10 mass %, 14= C15 mass %, 15= 15% [ of C ], and C10 mass %, 18= C13 mass %, 20= 1% of C, and 22= 1% of C is the criteria of the compound (2) of this invention. This alkylmetaacrylate was set to compound (2)-3 of this invention.

[0047] The carbon number 6 of the example 4 alkyl group of a compound (2) thru/or 22 (6= C5 mass %) Alkyl acrylate of 16= 13= 8= C5 mass %, 10= C10 mass %, 12= 15% [ of C ], and C10 mass %, 14= C15 mass %, 15= 15% [ of C ], and C10 mass %, 18= C13 mass %, 20= 1% of C, and 22= 1% of C is the criteria of the compound (2) of this invention. This alkyl acrylate was set to compound (2)-4 of this invention. [0048] while stirring teaching 10g and 50g of straight mineral oil to the reaction container equipped with example 1 stirring equipment, a thermometer, and nitrogen entrainment tubing for compound (1)-1 of this invention, and blowing nitrogen into it -- 100 degrees C -- a temperature up -- carrying out -- this temperature -- 2-hour stirring -- continuing -- compound (1)-1 of this invention -- it dissolved completely. Heating was stopped, a nitrogen entrainment and stirring were continued, compound (2)-1 [ 40g ] of this invention was taught, and degassing in nitrogen was performed for further 1 hour. The temperature at this time was

about 70 degrees C. 0.1g of initiators of a peroxide system was supplied to this, it overheated to 120 degrees C, and this temperature was held for 5 hours. The weight average molecular weight (all of the GPC measurement by the polystyrene calibration and the weight average molecular weight shown in below are measured by the same approach) of the compound obtained by this actuation was 210,000. This compound was made into the delow assistant (A) of this invention.

[0049] It reacted on the same conditions as an example 1 except having changed compound (1)-1 of this invention given in example 2 example 1 into compound (1)-2 of this invention. The weight average molecular weight of the compound obtained by this actuation was 200,000. This compound was made into the delow assistant (B) of this invention.

[0050] It reacted on the same conditions as an example 1 except having changed compound (1)-1 of this invention given in example 3 example 1 into compound (1)-3 of this invention. The weight average molecular weight of the compound obtained by this actuation was 190,000. This compound was made into the delow assistant (C) of this invention.

[0051] It reacted on the same conditions as an example 1 except having changed compound (2)-1 of this invention given in example 4 example 1 into compound (2)-2 of this invention. The weight average molecular weight of the compound obtained by this actuation was 200,000. This compound was made into the delow assistant (D) of this invention.

[0052] It reacted on the same conditions as an example 1 except having changed compound (2)-1 of this invention given in example 5 example 1 into compound (2)-3 of this invention. The weight average molecular weight of the compound obtained by this actuation was 200,000. This compound was made into the delow assistant (E) of this invention.

[0053] It reacted on the same conditions as an example 1 except having changed compound (2)-1 of this invention given in example 6 example 1 into compound (2)-4 of this invention. The weight average molecular weight of the compound obtained by this actuation was 210,000. This compound was made into the delow assistant (F) of this invention.

[0054] It reacted on the same conditions as an example 2 except having changed compound (2)-1 of this invention given in example 7 example 2 into compound (2)-2 of this invention. The weight average molecular weight of the compound obtained by this actuation was 220,000. This compound was made into the delow assistant (G) of this invention.

[0055] It reacted on the same conditions as an example 2 except having changed compound (2)-1 of this invention given in example 8 example 2 into compound (2)-3 of this invention. The weight average molecular weight of the compound obtained by this actuation was 210,000. This compound was made into the delow assistant (H) of this invention.

[0056] It reacted on the same conditions as an example 2 except having changed compound (2)-1 of this invention given in example 9 example 2 into compound (2)-4 of this invention. The weight average molecular weight of the compound obtained by this actuation was 200,000. This compound was made into the delow assistant (I) of this invention.

[0057] It reacted on the same conditions as an example 2 except having changed compound (2)-1 of this invention given in example 10 example 3 into compound (2)-2 of this invention. The weight average molecular weight of the compound obtained by this actuation was 210,000. This compound was made into the delow assistant (J) of this invention.

[0058] It reacted on the same conditions as an example 2 except having changed compound (2)-1 of this invention given in example 11 example 3 into compound (2)-3 of this invention. The weight average molecular weight of the compound obtained by this actuation was 200,000. This compound was made into the delow assistant (K) of this invention.

[0059] It reacted on the same conditions as an example 2 except having changed compound (2)-1 of this invention given in example 12 example 3 into compound (2)-4 of this invention. The weight average molecular weight of the compound obtained by this actuation was 190,000. This compound was made into the delow assistant (L) of this invention.

[0060] The carbon number 12 of example of comparison 1 alkyl group thru/or the 18 (12= C24 mass %, 14= C23 mass %, 16= C27 mass %, 18= 25% of C) alkylmetaacrylate 50 section, and the mineral oil 50 section are put into the flask equipped with stirring equipment, nitrogen entrainment tubing, the thermometer, and the capacitor, a nitrogen purge is fully performed for 3 hours, an initiator is added, and it heats at 100 degrees C, and ripes at this temperature for 8 hours. The poly alkyl methacrylate of weight average molecular weight 400,000 was obtained. It considered as the assistant (M) of a comparison of the compound obtained by this actuation.

[0061] Chlorinated paraffin and naphthalene were supplied into the example of comparison 2 reaction container, it heated at 60-65 degrees C, and the anhydrous chlorination aluminum which is a catalyst was continuously dropped there in 30 minutes. Although hydrochloric acid gas was generated violently and it reacted when several minutes were taken after addition, steam was introduced in 5 hours after catalyst dropping, and the catalyst was made to decompose. It washed well in 5% water solution of \*\*\*\*\*, warm water, and 1% sodium-hydrogencarbonate water solution until it added toluene and aluminum ion was lost. The water which remains carried out azeotropy dehydration with toluene, was removed, and was changed into the anhydrous condition. It was made to react for 2 hours, adding ethylenediamine 0.5% and making it flow back in the boiling point of toluene, since some organic chlorine was contained at this time. Then, it rinsed until it cooled and became neutrality, and the alkyl naphthalene condensate of average molecular weight 40,000 was obtained by distilling out toluene. It considered as the assistant (N) of a comparison of the compound obtained by

this actuation.

[0062] It considered as the assistant (O) of a comparison of compound (1)-1 [ given in Example 1 of example of comparison 3 compound (1) ].

[0063] It considered as the assistant (P) of a comparison of compound (1)-2 [ given in Example 2 of example of comparison 4 compound (1) ].

[0064] Having prepared 10g and 50g of straight mineral oil for compound (1)-1 of this invention, and blowing nitrogen, the temperature up was carried out to 100 degrees C, stirring, stirring was continued in the reaction container equipped with example of comparison 5 stirring equipment, a thermometer, and nitrogen entrainment tubing at this temperature for 2 hours, and compound (1)-1 of this invention was completely dissolved in it. Heating was stopped, a nitrogen entrainment and stirring were continued, compound (2)-1 [ 40g ] of this invention was taught, and degassing in nitrogen was performed for further 1 hour. The temperature at this time was about 70 degrees C. 0.7g of initiators of a peroxide system was supplied to this, it overheated to 140 degrees C, and this temperature was held for 5 hours. The weight average molecular weight of the compound obtained by this actuation was 58,000. It considered as the delow assistant (Q) of a comparison of this compound.

[0065] The \*\*\*\*\* low hydrocarbon oil (a light system, a heavy system, bright stock) was heated and dissolved in normal hexane (they are 3.5 times to a \*\* low hydrocarbon oil) at 50 degrees C, and it cooled to -40 degrees C by part for cooling rate/of 2 degrees C, adding and stirring the delow assistant compounded above there. the slurry which consists of a wax, normal hexane, dewaxing oil, and a delow assistant after that -- BUFUNA with a jacket -- the funnel was made to circulate through a -40-degree C refrigerant, and 600mmHg performed filtration under reduced pressure at -40 degrees C. Time amount when the amount of filtrates is set to 50ml at this time was measured, and it asked for filtration velocity from the following formula. Moreover, it removed by carrying out the reduced pressure topping of the obtained filtrate and the normal hexane which the wax after filtration contains respectively by the evaporator, each weight was measured, and it asked for dewaxing oil yield from the following formula.

[0066] The formula of filtration velocity (ml/s-cm<sup>2</sup>)

[Equation 1]

$$50 \text{ (ml)}$$

$$\frac{\text{ろ液が } 50 \text{ ml 溜まるまでの時間 (s)} \times \text{有効ろ過面積 (cm}^2\text{)}}{50} = \text{ろ過速度}$$

The formula of dewaxing oil yield (mass %)

[Equation 2]

$$\frac{\text{ノルマルヘキサン除去後のろ液質量} \times 100}{\text{ノルマルヘキサン除去後のろ液質量} + \text{ノルマルヘキサン除去後のワックス質量}}$$

$$= \text{脱ロウ油収率}$$

[0067] Made it add and dissolve, respectively, and add normal hexane 700ml to a light system, a heavy system, and 200g of bright-stock \*\* low hydrocarbon oils further, and it was made to dissolve in them, warming (Assistant A) 1g of this invention obtained in the example of use 1 example 1, and examined according to the test method. That is, it examined by setting the addition of the assistant (A) of this invention as 0.5 mass % (it being 0.25% by pure part conversion of an assistant) to a light, a heavy system, and a bright-stock system \*\* low hydrocarbon oil, respectively.

[0068] Made it add and dissolve, respectively, and add normal hexane 700ml to a light system, a heavy system, and 200g of bright-stock \*\* low hydrocarbon oils further, and it was made to dissolve in them, warming (Assistant B) 1g of this invention obtained in the example of use 2 example 2, and examined according to the test method. That is, it examined by setting the addition of the assistant (B) of this invention as 0.5 mass % (it being 0.25% by pure part conversion of an assistant) to a light system, a heavy system, and a bright-stock \*\* low hydrocarbon oil, respectively.

[0069] Made it add and dissolve, respectively, and add normal hexane 700ml to a light system, a heavy system, and 200g of bright-stock \*\* low hydrocarbon oils further, and it was made to dissolve in them, warming (Assistant C) 1g of this invention obtained in the example of use 3 example 3, and examined according to the test method. That is, it examined by setting the addition of the assistant (C) of this invention as 0.5 mass % (it being 0.25% by pure part conversion of an assistant) to a light system, a heavy system, and a bright-stock \*\* low hydrocarbon oil, respectively.

[0070] Made it add and dissolve, respectively, and add normal hexane 700ml to a light system, a heavy system, and 200g of bright-stock \*\* low hydrocarbon oils further, and it was made to dissolve in them, warming (Assistant D) 1g of this invention obtained in the example of use 4 example 4, and examined according to the test method. That is, it examined by setting the addition of the assistant (D) of this invention as 0.5 mass % (it being 0.25% by pure part conversion of an assistant) to a light system, a heavy system, and a bright-stock \*\* low hydrocarbon oil, respectively.

[0071] Made it add and dissolve, respectively, and add normal hexane 700ml to a light system, a heavy system, and 200g of bright-stock \*\* low hydrocarbon oils further, and it was made to dissolve in them, warming (Assistant E) 1g of



this invention obtained in the example of use 5 example 5, and examined according to the test method. That is, it examined by setting the addition of the assistant (E) of this invention as 0.5 mass % (it being 0.25% by pure part conversion of an assistant) to a light system, a heavy system, and a bright-stock \*\* low hydrocarbon oil, respectively.

[0072] Made it add and dissolve, respectively, and add normal hexane 700ml to a light system, a heavy system, and 200g of bright-stock \*\* low hydrocarbon oils further, and it was made to dissolve in them, warming (Assistant F) 1g of this invention obtained in the example of use 6 example 6, and examined according to the test method. That is, it examined by setting the addition of the assistant (F) of this invention as 0.5 mass % (it being 0.25% by pure part conversion of an assistant) to a light system, a heavy system, and a bright-stock \*\* low hydrocarbon oil, respectively.

[0073] Made it add and dissolve, respectively, and add normal hexane 700ml to a light system, a heavy system, and 200g of bright-stock \*\* low hydrocarbon oils further, and it was made to dissolve in them, warming (Assistant G) 1g of this invention obtained in the example of use 7 example 7, and examined according to the test method. That is, it examined by setting the addition of the assistant (G) of this invention as 0.5 mass % (it being 0.25% by pure part conversion of an assistant) to a light system, a heavy system, and a bright-stock \*\* low hydrocarbon oil, respectively.

[0074] Made it add and dissolve, respectively, and add normal hexane 700ml to a light system, a heavy system, and 200g of bright-stock \*\* low hydrocarbon oils further, and it was made to dissolve in them, warming (Assistant H) 1g of this invention obtained in the example of use 8 example 8, and examined according to the test method. That is, it examined by setting the addition of the assistant (H) of this invention as 0.5 mass % (it being 0.25% by pure part conversion of an assistant) to a light system, a heavy system, and a bright-stock \*\* low hydrocarbon oil, respectively.

[0075] Made it add and dissolve, respectively, and add normal hexane 700ml to a light system, a heavy system, and 200g of bright-stock \*\* low hydrocarbon oils further, and it was made to dissolve in them, warming (Assistant I) 1g of this invention obtained in the example of use 9 example 9, and examined according to the test method. That is, it examined by setting the addition of the assistant (I) of this invention as 0.5 mass % (it being 0.25% by pure part conversion of an assistant) to a light system, a heavy system, and a bright-stock \*\* low hydrocarbon oil, respectively.

[0076] Made it add and dissolve, respectively, and add normal hexane 700ml to a light system, a heavy system, and 200g of bright-stock \*\* low hydrocarbon oils further, and it was made to dissolve in them, warming (Assistant J) 1g of this invention obtained in the example of use 10 example 10, and examined according to the test method. That is, it examined by setting the addition of the assistant (J) of this invention as 0.5 mass % (it being 0.25% by pure part conversion of an assistant) to a light system, a heavy system, and a bright-stock \*\* low hydrocarbon oil, respectively.

[0077] Made it add and dissolve, respectively, and add normal hexane 700ml to a light system, a heavy system, and 200g of bright-stock \*\* low hydrocarbon oils further, and it was made to dissolve in them, warming (Assistant K) 1g of this invention obtained in the example of use 11 example 11, and examined according to the test method. That is, it examined by setting the addition of the assistant (K) of this invention as 0.5 mass % (it being 0.25% by pure part conversion of an assistant) to a light system, a heavy system, and a bright-stock \*\* low hydrocarbon oil, respectively.

[0078] Made it add and dissolve, respectively, and add normal hexane 700ml to a light system, a heavy system, and 200g of bright-stock \*\* low hydrocarbon oils further, and it was made to dissolve in them, warming (Assistant L) 1g of this invention obtained in the example of use 12 example 12, and examined according to the test method. That is, it examined by setting the addition of the assistant (L) of this invention as 0.5 mass % (it being 0.25% by pure part conversion of an assistant article) to a light system, a heavy system, and a bright-stock \*\* low hydrocarbon oil, respectively.

[0079] Made it add and dissolve, respectively, and add normal hexane 700ml to a light system, a heavy system, and 200g of bright-stock \*\* low hydrocarbon oils further, and it was made to dissolve in them, warming (Assistant M) 0.2g of the comparison obtained in 0.8g and the example 1 of a comparison in the assistant (A) of this invention obtained in the example of use 13 example 1, and examined according to the test method. That is, the addition of the assistant (A) of this invention was examined to the light system light system, the heavy system, and the bright-stock \*\* low hydrocarbon oil by setting it as 0.1 mass % (it being 0.05% by pure part conversion of an assistant) to a light system, a heavy system, and a bright-stock \*\* low hydrocarbon oil, respectively in the addition of the assistant (M) of 0.4 mass % (it is 0.2% by pure part conversion of an assistant), and a comparison, respectively.

[0080] Made it add and dissolve, respectively, and add normal hexane 700ml to a light system, a heavy system, and 200g of bright-stock \*\* low hydrocarbon oils further, and it was made to dissolve in them, warming (Assistant M) 0.2g of the comparison obtained in 0.8g and the example 1 of a comparison in the assistant (C) of this invention obtained in the example of use 14 example 3, and examined according to the test method. That is, the addition of the assistant (C) of this invention was examined to the light system light system, the heavy system, and the bright-stock \*\* low hydrocarbon oil by setting it as 0.1 mass % (it being 0.05% by pure part conversion of an assistant) to a light system, a heavy system, and a bright-stock \*\* low hydrocarbon oil, respectively in the addition of the assistant (M) of 0.4 mass %

(it is 0.2% by pure part conversion of an assistant), and a comparison, respectively.

[0081] Made it add and dissolve, respectively, and add normal hexane 700ml to a light system, a heavy system, and 200g of bright-stock \*\* low hydrocarbon oils further, and it was made to dissolve in them, warming (Assistant M) 0.2g of the comparison obtained in 0.8g and the example 1 of a comparison in the assistant (E) of this invention obtained in the example of use 15 example 5, and examined according to the test method. That is, the addition of the assistant (E) of this invention was examined to the light system, the heavy system, and the bright-stock \*\* low hydrocarbon oil by setting it as 0.1 mass % (it being 0.05% by pure part conversion of an assistant) to a light system, a heavy system, and a bright-stock \*\* low hydrocarbon oil, respectively in the addition of the assistant (M) of 0.4 mass % (it is 0.2% by pure part conversion of an assistant), and a comparison, respectively.

[0082] Made it add and dissolve, respectively, and add normal hexane 700ml to a light system, a heavy system, and 200g of bright-stock \*\* low hydrocarbon oils further, and it was made to dissolve in them, warming (Assistant M) 0.2g of the comparison obtained in 0.8g and the example 1 of a comparison in the assistant (G) of this invention obtained in the example of use 16 example 7, and examined according to the test method. That is, the addition of the assistant (G) of this invention was examined to the light system, the heavy system, and the bright-stock \*\* low hydrocarbon oil by setting it as 0.1 mass % (it being 0.05% by pure part conversion of an assistant) to a light system, a heavy system, and a bright-stock \*\* low hydrocarbon oil, respectively in the addition of the assistant (M) of 0.4 mass % (it is 0.2% by pure part conversion of an assistant), and a comparison, respectively.

[0083] Made it add and dissolve, respectively, and add normal hexane 700ml to a light system, a heavy system, and 200g of bright-stock \*\* low hydrocarbon oils further, and it was made to dissolve in them, warming (Assistant M) 0.2g of the comparison obtained in 0.8g and the example 1 of a comparison in the assistant (I) of this invention obtained in the example of use 17 example 9, and examined according to the test method. That is, the addition of the assistant (I) of this invention was examined to the light system, the heavy system, and the bright-stock \*\* low hydrocarbon oil by setting it as 0.1 mass % (it being 0.05% by pure part conversion of an assistant) to a light system, a heavy system, and a bright-stock \*\* low hydrocarbon oil, respectively in the addition of the assistant (M) of 0.4 mass % (it is 0.2% by pure part conversion of an assistant), and a comparison, respectively.

[0084] Made it add and dissolve, respectively, and add normal hexane 700ml to a light system, a heavy system, and 200g of bright-stock \*\* low hydrocarbon oils further, and it was made to dissolve in them, warming (Assistant M) 0.2g of the comparison obtained in 0.8g and the example 1 of a comparison in the assistant (K) of this invention obtained in the example of use 18 example 11, and examined according to the test method. That is, the addition of the assistant (K) of this invention was examined to the light system, the heavy system, and the bright-stock \*\* low hydrocarbon oil by setting it as 0.1 mass % (it being 0.05% by pure part conversion of an assistant) to a light system, a heavy system, and a bright-stock \*\* low hydrocarbon oil, respectively in the addition of the assistant (M) of 0.4 mass % (it is 0.2% by pure part conversion of an assistant), and a comparison, respectively.

[0085] Made it add and dissolve, respectively, and add normal hexane 700ml to a light system, a heavy system, and 200g of bright-stock \*\* low hydrocarbon oils further, and it was made to dissolve in them, warming (Assistant M) 1g of the comparison obtained in the example 1 of example of comparison use 1 comparison, and examined according to the test method. That is, it examined by setting the addition of a comparative assistant (M) as 0.5 mass % (it being 0.25% by pure part conversion of an assistant) to a light system, a heavy system, and a bright-stock \*\* low hydrocarbon oil, respectively.

[0086] Made it add and dissolve, respectively, and add normal hexane 700ml to a light system, a heavy system, and 200g of bright-stock \*\* low hydrocarbon oils further, and it was made to dissolve in them, warming (Assistant N) 0.5g of the comparison obtained in the example 2 of example of comparison use 2 comparison, and examined according to the test method. That is, it examined by setting the addition of a comparative assistant (N) as 0.25 mass % (it being 0.25% by pure part conversion of an assistant) to a light system, a heavy system, and a bright-stock \*\* low hydrocarbon oil, respectively.

[0087] Made it add and dissolve, respectively, and add normal hexane 700ml to a light system, a heavy system, and 200g of bright-stock \*\* low hydrocarbon oils further, and it was made to dissolve in them, warming 0.3g (N) of assistants of the comparison obtained in 0.4g and the example 2 of a comparison in the assistant (M) of the comparison obtained in the example 1 of example of comparison use 3 comparison, and examined according to the test method. That is, the addition of a comparative assistant (M) was examined to the light system, the heavy system, and the bright-stock \*\* low hydrocarbon oil by setting it as 0.15 mass % (it being 0.15% by pure part conversion of an assistant) to a light system, a heavy system, and a bright-stock \*\* low hydrocarbon oil, respectively in the addition of the assistant (N) of 0.2 mass % (it is 0.1% by pure part conversion of an assistant), and a comparison, respectively.

[0088] Made it add and dissolve, respectively, and add normal hexane 700ml to a light system, a heavy system, and



200g of bright-stock \*\* low hydrocarbon oils further, and it was made to dissolve in them, warming (Assistant O) 0.1g of a comparison of a publication, and (Assistant M) 0.8g of a comparison for the example 3 of example of comparison use 4 comparison, and examined according to the test method. That is, the addition of a comparative assistant (O) was examined to the light system, the heavy system, and the bright-stock \*\* low hydrocarbon oil by setting it as 0.4 mass % (it being 0.2% by pure part conversion of an assistant) to a light system, a heavy system, and a bright-stock \*\* low hydrocarbon oil, respectively in the addition of the assistant (N) of 0.05 mass % (it is 0.05% by pure part conversion of an assistant), and a comparison, respectively.

[0089] Made it add and dissolve, respectively, and add normal hexane 700ml to a light system, a heavy system, and 200g of bright-stock \*\* low hydrocarbon oils further, and it was made to dissolve in them, warming (Assistant P) 0.1g of a comparison of a publication, and (Assistant M) 0.8g of a comparison for the example 4 of example of comparison use 5 comparison, and examined according to the test method. That is, the addition of a comparative assistant (P) was examined to the light system, the heavy system, and the bright-stock \*\* low hydrocarbon oil by setting it as 0.4 mass % (it being 0.2% by pure part conversion of an assistant) to a light system, a heavy system, and a bright-stock \*\* low hydrocarbon oil, respectively in the addition of the assistant (N) of 0.05 mass % (it is 0.05% by pure part conversion of an assistant), and a comparison, respectively.

[0090] Made it add and dissolve, respectively, and add normal hexane 700ml to a light system, a heavy system, and 200g of bright-stock \*\* low hydrocarbon oils further, and it was made to dissolve in them, warming (Assistant Q) 1g of the comparison obtained in the example 5 of example of comparison use 6 comparison, and examined according to the test method. That is, it examined by setting the addition of the assistant (A) of this invention as 0.5 mass % (it being 0.25% by pure part conversion of an assistant) to a light, a heavy system, and a bright-stock system \*\* low hydrocarbon oil, respectively.

[0091] It examined about the light system, the heavy system, and the bright-stock \*\* low hydrocarbon oil, without using example of comparison use 7 assistant.

[0092] The delow engine performance as opposed to a bright-stock \*\* low hydrocarbon oil for the delow engine performance as opposed to a heavy system \*\* low hydrocarbon oil for the delow engine performance to the light system \*\* low hydrocarbon oil obtained in the above examples 1-18 of use and the examples 1-4 of comparison use was shown in Table 1 in Table 2 at Table 3.

[0093]

[Table 1]

ライト系含ロウ炭化水素油に対する脱ロウ性能

	脱ロウ 助剤	添加量(有効成分換算) (%)	ろ過速度 (ml/s・cm <sup>2</sup> )	脱ロウ油 収率 (%)
使用例 1	A	A = 0.25	1.9	58
使用例 2	B	B = 0.25	1.8	59
使用例 3	C	C = 0.25	2.0	59
使用例 4	D	D = 0.25	2.0	58
使用例 5	E	E = 0.25	1.9	59
使用例 6	F	F = 0.25	2.0	59
使用例 7	G	G = 0.25	1.9	58
使用例 8	H	H = 0.25	2.0	59
使用例 9	I	I = 0.25	1.8	58
使用例 10	J	J = 0.25	2.1	58
使用例 11	K	K = 0.25	1.9	59
使用例 12	L	L = 0.25	1.9	59
使用例 13	A/M	A : M = 0.2 : 0.05	2.0	60
使用例 14	C/M	C : M = 0.2 : 0.05	2.1	60
使用例 15	E/M	E : M = 0.2 : 0.05	2.1	61
使用例 16	G/M	G : M = 0.2 : 0.05	2.1	60
使用例 17	I/M	I : M = 0.2 : 0.05	2.0	61
使用例 18	K/M	K : M = 0.2 : 0.05	2.1	60
比較使用例 1	M	M = 0.25	1.0	49
比較使用例 2	N	N = 0.25	1.5	54
比較使用例 3	M/N	M : N = 0.1 : 0.15	1.9	52
比較使用例 4	M/O	M : O = 0.2 : 0.05	2.1	56
比較使用例 5	M/P	M : P = 0.2 : 0.05	2.0	55
比較使用例 6	Q	Q = 0.25	2.0	57
比較使用例 7	無添加	—	0.5	46

[0094]

[Table 2]

ヘビー系含ロウ炭化水素油に対する脱ロウ性能

	脱ロウ 助剤	添加量(有効成分換算) (%)	ろ過速度 (ml/s・cm <sup>2</sup> )	脱ロウ油 収率 (%)
使用例 1	A	A = 0.25	2.8	61
使用例 2	B	B = 0.25	3.0	60
使用例 3	C	C = 0.25	2.7	61
使用例 4	D	D = 0.25	2.9	61
使用例 5	E	E = 0.25	2.9	60
使用例 6	F	F = 0.25	3.0	61
使用例 7	G	G = 0.25	3.0	60
使用例 8	H	H = 0.25	3.1	60
使用例 9	I	I = 0.25	3.2	61
使用例 10	J	J = 0.25	3.1	60
使用例 11	K	K = 0.25	3.3	61
使用例 12	L	L = 0.25	3.2	60
使用例 13	A/M	A = 0.2, M = 0.05	3.1	61
使用例 14	C/M	C = 0.2, M = 0.05	3.0	60
使用例 15	E/M	E = 0.2, M = 0.05	2.9	60
使用例 16	G/M	G = 0.2, M = 0.05	3.1	60
使用例 17	I/M	I = 0.2, M = 0.05	3.1	61
使用例 18	K/M	K = 0.2, M = 0.05	3.2	61
比較使用例 1	M	M = 0.25	0.6	52
比較使用例 2	N	N = 0.25	0.7	52
比較使用例 3	M/N	M = 0.1, N = 0.15	0.9	53
比較使用例 4	M/O	M = 0.2, O = 0.05	2.0	58
比較使用例 5	M/P	M = 0.2, P = 0.05	2.3	57
比較使用例 6	Q	Q = 0.25	2.6	55
比較使用例 7	無添加	—	0.1	45

[0095]

[Table 3]

ブライトストック含ロウ炭化水素油に対する脱ロウ性能

	脱ロウ 助剤	添加量(有効成分換算) (%)	ろ過速度 (ml/s·cm <sup>2</sup> )	脱ロウ油 収率 (%)
使用例 1	A	A=0.25	1.2	60
使用例 2	B	B=0.25	1.3	61
使用例 3	C	C=0.25	1.2	60
使用例 4	D	D=0.25	1.2	60
使用例 5	E	E=0.25	1.3	61
使用例 6	F	F=0.25	1.2	60
使用例 7	G	G=0.25	1.3	60
使用例 8	H	H=0.25	1.3	60
使用例 9	I	I=0.25	1.2	61
使用例 10	J	J=0.25	1.2	61
使用例 11	K	K=0.25	1.3	60
使用例 12	L	L=0.25	1.2	61
使用例 13	A/M	A=0.2, M=0.05	1.3	60
使用例 14	C/M	C=0.2, M=0.05	1.2	61
使用例 15	E/M	E=0.2, M=0.05	1.2	61
使用例 16	G/M	G=0.2, M=0.05	1.3	60
使用例 17	I/M	I=0.2, M=0.05	1.3	61
使用例 18	K/M	K=0.2, M=0.05	1.3	60
比較使用例 1	M	M=0.25	0.2	50
比較使用例 2	N	N=0.25	0.1	48
比較使用例 3	M/N	M=0.1, N=0.15	0.3	51
比較使用例 4	M/O	M=0.2, O=0.05	1.0	58
比較使用例 5	M/P	M=0.2, P=0.05	1.0	58
比較使用例 6	Q	Q=0.25	0.9	55
比較使用例 7	無添加	—	濾過不能	—

[0096]

[Effect of the Invention] If the delow assistant of this invention article is used in a delow process so that more clearly than Tables 1-3, as compared with the time of not adding a delow assistant, filtration velocity is sharply improvable. To a light system \*\* low hydrocarbon oil, although the assistant of the conventional technique and the assistant of filtration velocity of this invention are almost equivalent, dewaxing oil yield improves sharply. Moreover, to a heavy system \*\* low hydrocarbon oil and a bright-stock \*\* low hydrocarbon oil, filtration velocity and dewaxing oil yield are sharply improved as compared with the assistant of the conventional technique. This is the effectiveness according to rank by this invention article.

[Translation done.]